

**STRUKTURCHEMISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN EINIGEN AUSGEWÄHLTEN ALKALISALZEN VON
THIOCYANATOMETALLATEN DER d^{10} -IONEN**

von
Dieter Messer
aus
Nürnberg

1973



STRUKTURCHEMISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN DEN MITTELSCHWERMETALL-ALKALOIDSALZEN VON
TRICHLORACETATEN DER 10. KLASSE

Digitized by the Internet Archive
in 2026

Als Dissertation genehmigt
von der Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Universität Erlangen-Nürnberg



Tag der mündlichen Prüfung: 18. Dezember 1973

Dekan: Universitätsprofessor Dr. J. Christiansen

1. Berichterstatter: Privatdozent Dr. G. Thiele

2. Berichterstatter: Universitätsprofessor Dr. H. Behrens

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Anorganische Chemie I der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg in der Zeit von Juni 1971 bis Juli 1973 angefertigt.

Mein besonderer Dank gilt

Herrn Priv.-Doz. Dr. G. THIELE für die Themenstellung und für seine wertvollen wissenschaftlichen Anregungen und Ratschläge.

Herrn Professor Dr. K. BRODERSEN bin ich für das mir stets entgegengebrachte Vertrauen zu Dank verpflichtet.

Herrn Professor Dr. D. BREITINGER danke ich für die Unterstützung bei der Anfertigung des schwingungsspektroskopischen Teils der Arbeit.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. Einleitung	1
1.1. Problemstellung	1
1.2. Das Thiocyanation als Ligand	4
1.3. Verknüpfung von Polyedern	9
2. Literaturüberblick	14
3. Präparative und röntgenographische Untersuchungen	18
3.1. Allgemeines	18
3.2. Darstellung und Eigenschaften der binären Thiocyanate	20
3.2.1. Alkalithiocyanate	20
3.2.2. Thiocyanate der d ¹⁰ -Metallionen	21
3.3. Untersuchungen von Thiocyanatocupraten(I)	23
3.4. Untersuchungen von Thiocyanatoargentaten(I)	25
3.5. Untersuchungen von Thiocyanatozinkaten	29
3.6. Untersuchungen von Thiocyanatocadmaten	33
3.7. Untersuchungen von Thiocyanatomercuraten	34
4. Strukturuntersuchungen	38
4.1. Allgemeines	38
4.1.1. Darstellung der Verbindungen und Präparation der Einkristalle	38
4.1.2. Röntgenographische Datensammlung und Herstellen eines unabhängigen Datensatzes	39
4.1.3. Strukturbestimmung und -verfeinerung	41

	Seite
4.2. Strukturbestimmung des $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$	42
4.2.1. Kristall- und Meßdaten	42
4.2.2. Modellfindung und Strukturverfeinerung	43
4.3. Strukturbestimmung des $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$	48
4.3.1. Kristall- und Meßdaten	48
4.3.2. Modellfindung und Strukturverfeinerung	49
4.4. Strukturbestimmung des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$	54
4.4.1. Kristall- und Meßdaten	54
4.4.2. Modellfindung und Strukturverfeinerung	55
4.5. Strukturbestimmung des $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$	60
4.5.1. Kristall- und Meßdaten	60
4.5.2. Modellfindung und Strukturverfeinerung	61
4.6. Strukturuntersuchungen am $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	68
5. Strukturbeschreibungen und -diskussionen	73
5.1. $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$	73
5.2. $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$	81
5.3. $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$	87
5.4. $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$	91
5.5. Koordination der Alkaliionen	96
6. Schwingungsspektroskopische Untersuchungen	100
6.1. Allgemeines	100
6.2. $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ und $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$	105
6.3. $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$	110
6.4. $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$	114
7. Experimenteller Teil	117

	Seite
7.1. Analysenmethoden	117
7.2. Dichtebestimmung	118
7.3. Röntgenographische Untersuchungen	119
7.4. Aufnahme der Schwingungsspektren	120
7.5. Durchführung der Berechnungen	121
8. Tabellen	123
8.1. Auswertung der Guinieraufnahme von $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$	123
8.2. Auswertung der Guinieraufnahme von $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$	124
8.3. Auswertung der Guinieraufnahme von $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$	126
8.4. Auswertung der Guinieraufnahme von $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$	127
8.5. Strukturfaktoren von $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$	129
8.6. Strukturfaktoren von $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$	136
8.7. Strukturfaktoren von $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$	141
8.8. Strukturfaktoren von $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$	145
9. Zusammenfassung	155
10. Literaturverzeichnis	160

1. Einleitung

1.1. Problemstellung

Ternäre, in Ionengittern kristallisierende Verbindungen des Typs $M_a M'_b X_c$ (M und M' Kationen, X Anionen) sind in sehr großer Zahl synthetisiert und strukturell untersucht worden. Dieses umfangreiche Material regte zu einer Struktursystematik an, mit deren Hilfe man Regeln ableiten kann, um die Strukturen noch unbekannter Verbindungen nach meß- und berechenbaren atomaren und geometrischen Kriterien vorherzusagen. Wert und Bedeutung einer Struktursystematik wachsen mit der Anzahl zutreffender Voraussagen und dem Verhältnis von Übereinstimmungen zu Diskrepanzen.

GATTOW ¹⁾ erweiterte die Theorie von GOLDSCHMIDT ²⁾, der für $M_2 M' X_4$ -Verbindungen einen Zusammenhang zwischen Ionenradien und Strukturtyp postulierte, indem er geometrische Beziehungen mit seiner "strukturechemischen Volumenregel" besser berücksichtigte. Dabei wird von der Annahme kugelförmiger, unpolarisierbarer Ionen ausgegangen, die nur durch elektrostatische Gitterkräfte zusammengehalten werden und zwischen denen keine homöopolaren Bindungen bestehen. Durch dichteste Packung der Anionen, oder - bei passendem Radienverhältnis - durch gemeinsame Packung von Anionen und einem Teil der Kationen und anschließendem Auffüllen der Gitterlücken mit den restlichen Kationen kann man die verschiedenen Strukturtypen ableiten.

Die Struktursystematik von GATTOW liefert bei ternären Oxiden und Fluoriden meist richtige Voraussagen, da beide Anionen relativ klein ($r_{O^{2-}} = 140\text{pm}$, $r_{F^-} = 136\text{pm}$) und wenig po-

larisierbar sind und als nahezu kugelförmig betrachtet werden können. $M_2M'X_4$ - Verbindungen mit den schwereren Halogenen $X = Cl, Br, J$ lassen sich dagegen strukturell nur unbefriedigend einordnen, da die leicht polarisierbaren, d.h. deformierbaren Anionen ($r_{Cl^-} = 181pm$, $r_{Br^-} = 195pm$, $r_{J^-} = 216pm$) zu mehr kovalenten Bindungen neigen und damit eine der Voraussetzungen der Theorie nicht mehr erfüllen.

KUGIMIYA und STEINFINK ³⁾ erkannten dies und versuchten, den unterschiedlichen Elektronegativitäten der Ionen und den dadurch hervorgerufenen Atombindungsanteilen durch Einführung von "Bindungskraftkonstanten" Rechnung zu tragen. Damit konnte ein vorläufiger Abschluß der $M_2M'X_4$ - Struktursystematik für Oxo- und Halogenoverbindungen erreicht werden.

Diese Schemata versagen - abgesehen von wenigen Ausnahmen - bei den Strukturen der Pseudohalogenokomplexe, da deren Anionen voluminöse, gestreckte Rotationskörper bilden. Wegen der ausgeprägten Anisotropie sollte man nur niedrigsymmetrische Anordnungen erwarten. Umso überraschender erscheint es, daß einige binäre und ternäre Cyanide (mittlerer Radius $\bar{r}_{CN} = 192pm$) kubisch kristallisieren:

Die binären Cyanide $Zn(CN)_2$ ⁴⁾ und $Cd(CN)_2$ ⁵⁾ zeigen die (Anti-) Struktur des Cuprits (Raumgruppe $Pn\bar{3}m$).

Die Cyanokomplexe $K_2Zn(CN)_4$ und $K_2Cd(CN)_4$ ⁶⁾ gehören zu den normalen Spinellen (Raumgruppe $Fd\bar{3}m$).

$Tl_2Zn(CN)_4$, $Tl_2Cd(CN)_4$ und $Tl_2Hg(CN)_4$ sind die ersten Vertreter eines "Doppelspinell"- Typs ⁷⁾

(Raumgruppe $F\bar{4}3c$).

Allerdings läßt sich die Orientierung einer ionisch gebundenen Cyanidgruppe weder mit Röntgen- noch mit Neutronenbeugungsmethoden, sondern nur in einigen Fällen durch Plausibilitätsüberlegungen zweifelsfrei festlegen. Abgesehen davon, daß Kohlenstoff und Stickstoff wegen ihrer sehr ähnlichen Streuamplituden prinzipiell schwierig zu unterscheiden sind, diskutiert man eine statistische Verteilung der C-N-Achsrichtungen ⁸⁾ und auch freie Drehbarkeit ⁹⁾ der Cyanidionen im Kristallverband.

Das langgestreckte Thiocyanation liefert wegen seiner Form eines eingeschnürten Rotationsellipsoids (Längsachse 580pm, maximale Querausdehnung 260pm) viel kompliziertere Verhältnisse beim Aufbau von dichtesten Packungen, ist nicht mehr frei drehbar und kann deshalb in seiner Orientierung ohne Schwierigkeiten festgelegt werden. Eine Untersuchung der strukturellen Verhältnisse in der zu den Cyanokomplexen analogen Reihe der Thiocyanatometallate versprach aus diesen Gründen interessante Aufschlüsse.

Parallel mit dem Übergang von einer Kugelpackung zu Packungen kurzer CN- und längerer SCN- Ionen geht eine Symmetrierniedrigung einher. So kristallisieren:

NH_4Cl	kubisch, Raumgruppe $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$, CsCl- Gitter.
NH_4CN	tetragonal, Raumgruppe $\text{P4}/\text{mcm}$, verzerktes CsCl- Gitter.
NH_4SCN	monoklin, Raumgruppe $\text{P2}_1/\text{c}$, Schichtengitter.

Es ist daher unwahrscheinlich, daß man in der Reihe

der Thiocyanatokomplexe hochsymmetrische Kristallstrukturen antrifft. Man könnte aber Varianten bekannter Typen erwarten, die durch Verzerrung und Symmetrieeerniedrigung daraus hervorgehen. Um die bei gegebener Stöchiometrie theoretisch denkbaren Strukturen ableiten zu können, muß man die in der Komplexchemie beobachteten Koordinationsmöglichkeiten der SCN-Gruppe und die aus der Systematik der Festkörperstrukturen bekannten Regeln der Polyederverknüpfung beachten, die in den beiden nächsten Abschnitten behandelt werden.

1.2. Das Thiocyanation als Ligand

In der Komplexchemie sind Thiocyanatoverbindungen hervorragend geeignet, Beispiele für die verschiedenen Isomeriemöglichkeiten zu liefern. So sind SCN-Komplexe denkbar und zum Teil schon hergestellt worden, die cis-trans-, optische, Ionisations-, Koordinations- oder Polymerisationsisomerie zeigen. Aus den beiden Resonanzstrukturen des freien Ions

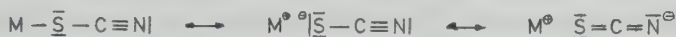


erkennt man auch seine Fähigkeit zur Bildung von Bindungsisomeren. In der Zusammenstellung (Bild 1.1, Seite 8) sind schematisch die verschiedenen diskutierbaren Möglichkeiten dargestellt und mit Beispielen belegt.

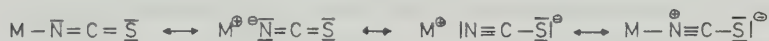
A. SCN als einzähniger Ligand

Bei Komplexen mit SCN als einzähnigem Liganden unterscheidet man zwischen

1. den Thiocyanatokomplexen (Bild 1.1.a), die über das Schwefelatom koordinierte SCN-Gruppen enthalten und durch drei Resonanzformeln beschrieben werden können:



2. den Isothiocyanatokomplexen (Bild 1.1.b) mit Metall-Stickstoff-Bindung, deren Elektronenverteilung durch vier Grenzstrukturen charakterisiert ist :



Von fast jedem Metall konnten Thiocyanato- oder Isothiocyanatokomplexe dargestellt werden. Zu allgemein präparativen, strukturchemischen und Bindungsaspekten sei auf die Übersichtsartikel von BECK und FEHLHAMMER¹⁰⁾, von ZHDANOV und ZVONKOVA¹¹⁾ und von IQBAL¹²⁾ verwiesen. Bis heute wurden Bindungsisomerenpaare von Thiocyanatokomplexen des Palladiums¹³⁾, Mangans¹⁴⁾, Rhodiums¹⁵⁾ und Kobalts¹⁶⁾ isoliert. Den Autoren der letztgenannten Arbeit ist es nach IR- Daten auch erstmalig gelungen, einen Komplex herzustellen, der gleichzeitig ein N- und ein S-gebundenes SCN enthält. Da beide Bindungsarten relativ leicht schwingungsspektroskopisch unterschieden werden können, gaben sie Anlaß zu umfangreichen IR- und ramanspektroskopischen Untersuchungen^{17,18)}. Auch ¹⁴N- Kernresonanzmessungen erwiesen sich als geeignet, da Thiocyanato- und Isothiocyanatokoordination sich durch unterschiedliche Linienbreiten und chemische Verschiebungen bemerkbar machen^{19,20)}.

Nach der PEARSON'schen HSAB- Theorie^{21,22)} besitzt die SCN- Gruppe ein "weiches" Ende am Schwefelatom und ein "hartes"

am Stickstoff. Kleine "harte" Metallkationen binden SCN über den "harten" Stickstoff zu Isothiocyanaten, während größere "weiche" Zentralionen S-Bindung bevorzugen. Die Umkehr der Koordination beim Übergang von leichten zu schwereren Elementen läßt sich besonders deutlich in der homologen Reihe Zn-Cd-Hg zeigen:

Zn bildet ausschließlich Zn-NCS- Verbindungen, von Hg sind nur S-Thiocyanatokomplexe bekannt und Cd als Element an der Grenze zwischen "weichen" und "harten" Metallen ist zu beiden Koordinationsarten befähigt ^{23,24,25}).

B. SCN als zweizähniger Ligand

1. Der ambifunktionelle Charakter der Thiocyanatgruppe äußert sich am augenfälligsten in der Bildung von SCN-Brücken, die über Schwefel und Stickstoff an Metallkationen gebunden sind. Man unterscheidet dabei
 - 1.1. intermolekulare Brücken, die zwei Koordinationspolyedern gemeinsam angehören, wobei deren Zentralatome gleich (Bild 1.1.c) oder verschieden (Bild 1.1.d) sein können, und
 - 1.2. intramolekulare Brücken, bei denen eine SCN- Gruppe chelatartig zwei Koordinationsstellen des gleichen Metallions mit dem S- und dem N-Atom besetzt (Bild 1.1.e). Diese Anordnung ist wegen zu starker sterischer Hinderung unwahrscheinlich und die Richtigkeit der in den Beispielen genannten Struktur muß bezweifelt werden.
2. Eine weitere Möglichkeit für SCN- Brücken erhält man, wenn man das endständige S- bzw. N-Atom an zwei verschiedene Kationen koordiniert.

- 2.1. Zweizähnige, nur S-gebundene Liganden, die von zwei Metallatomen gleichwertig beansprucht werden (Bild 1.1.f), vermutet man bei den Verbindungen $(C_2H_5M\text{SCN})_3$ $M=\text{Al, Ga, In}$ ²⁶⁾ und als kurzlebiges Zwischenprodukt ²⁷⁾. Eine normale endständige SCN- Gruppe, deren Schwefelatom sich einem zweiten, weiter entfernten Metallatom nähert (Bild 1.1.g), wurde in der Kristallstruktur des $K_2Pd(\text{SCN})_4$ ²⁸⁾ gefunden.
- 2.2. Zweizähnige, nur N-gebundene Thiocyanatliganden (Bild 1.1.h) sind bisher unbekannt. Sie spielen bei der Diskussion von Zwischenstufen eine Rolle ²⁹⁾, sind aber recht umstritten. Dagegen findet man diese Koordinationsmöglichkeit bei den analogen Cyanaten in der Struktur des $Ag\text{NCO}$ ³⁰⁾.

C. SCN als dreizähniger Ligand

Kombiniert man die Fälle A.2 und B.2.1, so erhält man eine SCN- Gruppe, die über Schwefel an zwei und über Stickstoff an ein drittes Metallion gebunden ist (Bild 1.1.i). Man vermutet diese Anordnung im $[(CH_3)_3PtNCS]_4$ ³¹⁾.

D. π -gebundenes SCN

Die zahlreichen Olefin- und Acetylenkomplexe der Übergangsmetalle legen als zusätzliche Koordinationsmöglichkeit ein π -gebundenes SCN nahe. Obwohl bisher keine Verbindung dieses Typs hergestellt werden konnte, diskutiert man derartige Zwischenprodukte (Bild 1.1.k) bei der Umlagerung von Isothiocyanato- in Thiocyanatokomplexe ³²⁾.

Selbstverständlich können in einer Verbindung mehrere Bindungsarten gleichzeitig auftreten. Allein durch Bindungs- und

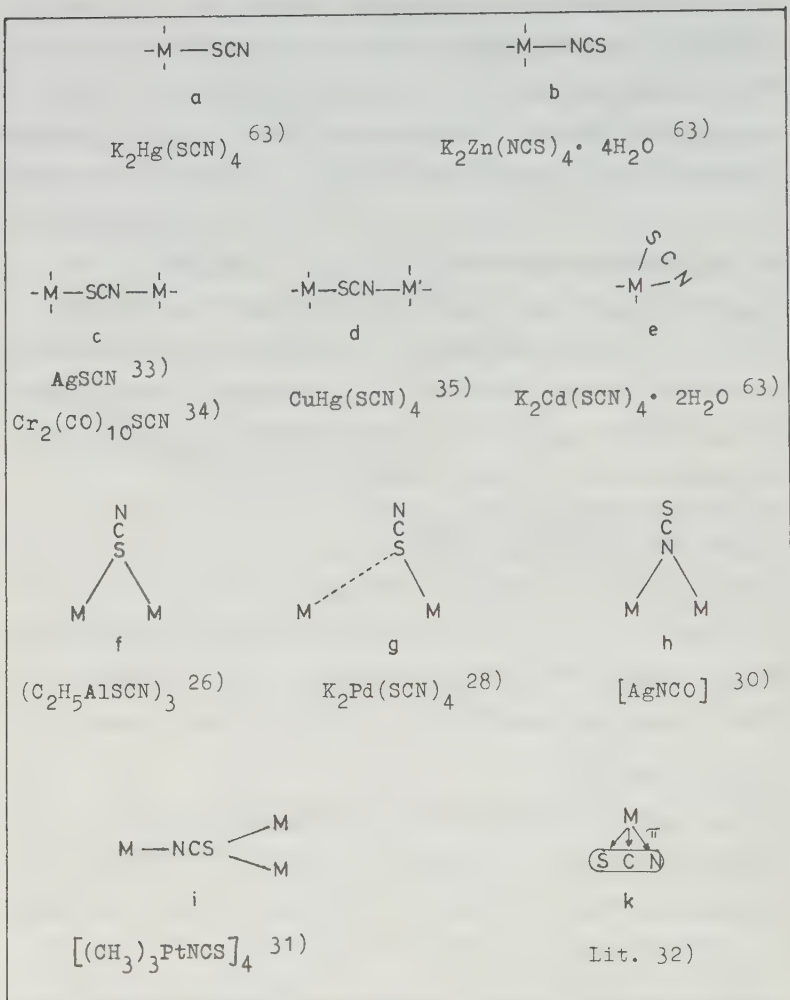


Bild 1.1

Koordinationsmöglichkeiten der SCN- Gruppe

Strukturisomerie erhält man eine fast unbegrenzte Zahl von Möglichkeiten, wodurch Strukturvorhersagen recht schwierig werden.

1.3. Verknüpfung von Polyedern

Metallionen mit d^{10} -Elektronenkonfiguration sind räumlich isotrop, kugelförmig und sollten in Komplexen nur reguläre Polyeder bilden. Außergewöhnliche Koordinationsverhältnisse, wie die bei d^8 -Verbindungen übliche quadratisch-planare Umgebung, oder ungerade Koordinationszahlen können ausgeschlossen werden. Man sollte deshalb annehmen, daß alle in dieser Arbeit behandelten Verbindungen nur aus Oktaedern und/oder Tetraedern aufgebaut sind.

Die Alkalikationen können bei orientierenden Betrachtungen unberücksichtigt bleiben, da sie keine feste Koordination beanspruchen und sich nur elektrostatisch und energetisch möglichst günstig in die vorhandenen Hohlräume des $M(SCN)_x$ -Gerüsts einlagern.

Die folgende Zusammenstellung gibt einen Überblick über bekannte MX_3 - und MX_4 -Strukturen. Mehr Details zu Strukturproblemen und Angaben der Originalliteratur sind den Standardwerken von WELLS ³⁶⁾, WYCKOFF ³⁷⁾ und CLARK ³⁸⁾ zu entnehmen.

A. Stöchiometrie MX_4

1. Aufbau aus Tetraedern

isolierte Tetraeder, Inselstrukturen

Verknüpfung: keine

Formel: MX_4

Beispiele: SiF_4 , SnJ_4 , $SnBr_4$, SiO_4^{4-} , SO_4^{2-}

2. Aufbau aus Oktaedern

- a. Oktaeder über Äquatoriale Ecken zu Oktaederschichten verknüpft

Verknüpfung: 4 Ecken

Formel: $\infty^2[\text{MX}_2\text{X}_{4/2}]$

Beispiele: SnF_4 , KAlF_4

- b. Oktaeder über zwei Kanten zu unendlichen Ketten verknüpft

Verknüpfung: 2 Kanten

Formel: $\infty^1[\text{MX}_2\text{X}_{4/2}]$

Da in einem Oktaeder zwei sich nicht berührende Kanten entweder cis- oder trans-ständig sind, ergibt sich die Möglichkeit zu mehreren geometrisch unterschiedlichen Ketten.

- cis- Verknüpfung mit Identitätsperiode 2 Oktaeder

Beispiel: ZrCl_4

- trans- Verknüpfung

Beispiele: $\alpha\text{-NbJ}_4$, $\text{K}_2\text{HgCl}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{ZnCl}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

- c. kantenverknüpfte Doppeloktaeder, die über die freien Ecken zu Ketten verbunden sind, oder - gleichbedeutend - zwei MX_5 -Oktaederketten über Kanten zu einer Doppelkette verknüpft

Verknüpfung: 1 Kante und 2 Ecken

Formel: $\infty^1[\text{M}_2\text{X}_{4/2}\text{X}_4\text{X}_{4/2}]$

Beispiel: NbOCl_3

B. Stöchiometrie MX_3

1. Aufbau aus Tetraedern

a. Tetraederketten

Verknüpfung: 2 Ecken

- zyklische Ketten, bestehend aus 3 bis 8 eckenverknüpften Tetraedern

Formel: $\frac{1}{n} [MX_2X_{2/2}]$ $n=3-8$

Beispiele: $Si_3O_9^{6-}$, $P_8O_{24}^{8-}$

- unendliche Ketten, bekannt mit Sequenzfolgen von 1 bis 7 Tetraedern

Formel: $\frac{1}{\infty} [MX_2X_{2/2}]$

Beispiele: Pyroxene, Ba_2ZnS_3 , $CsCd(CN)_3$ ⁷⁾

b. über eine gemeinsame Kante verknüpfte Tetraeder

Verknüpfung: 1 Kante

Formel: M_2X_6

Beispiele: Al_2Br_6 , SnS_3 ^{2- 39)}

2. Aufbau aus Oktaedern

a. Oktaeder über alle Ecken zu Raumnetz verknüpft

Verknüpfung: 6 Ecken

Formel: $\frac{3}{\infty} [MX_{6/2}]$

Beispiele: ReO_3 , PdF_3 , VF_3

Die Anionen aller drei Verbindungen bilden unvollständig besetzte dichteste Kugelpackungen, wobei im ReO_3 kubische im PdF_3 und VF_3 hexagonale Schichtung vorliegt.

- Ein mit einem Kation aufgefülltes ReO_3 - Gerüst liegt in der Perowskitstruktur vor, von der viele verzerrte Varianten bekannt sind.

Beispiele: CaTiO_3 , CsCdCl_3

Da diese Struktur lineare M-X-M- Brücken erfordert, trifft man sie nur selten bei Komplexen mit den schwereren Halogenen $\text{X}=\text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$ an.

b. über Flächen zu Ketten verknüpfte Oktaeder

Verknüpfung: 2 Flächen

Formel: $\infty \left[\text{MX}_{6/2} \right]$

Beispiel: ZrJ_3

- Das ZrJ_3 - Gerüst mit Kationen aufgefüllt ergibt die CsNiCl_3 - Struktur.

c. Zwischen dem CaTiO_3 - und dem CsNiCl_3 - Typ sind zahlreiche "Wechselstrukturen" denkbar, die sich durch abwechselnde kubische und hexagonale Packungsfolge ergeben.

kubische Schichtung $\longrightarrow$ Eckenverknüpfung

hexagonale Schichtung $\longrightarrow$ Flächenverknüpfung

als Beispiel die Struktur des BaMnO_3 :

über Ecken zu einem Netzwerk verbundene M_2X_9 - (flächenverknüpfte-) Doppeloktaeder

Verknüpfung: 1 Fläche und 3 Ecken

Formel: $\infty \left[\text{X}_{3/2} \text{MX}_3 \text{MX}_{3/2} \right]$

d. über Kanten zu Schichten verknüpfte Oktaeder

Verknüpfung: 3 Kanten

Formel: $\infty \left[\text{MX}_{6/2} \right]$

Beispiele: CrCl_3 , BiJ_3

Beide Strukturtypen bestehen aus dichtest gepackten Anionengittern, in denen $2/3$ der Oktaederlücken nur jeder zweiten Schicht besetzt sind.

CrCl_3 ist kubisch, BiJ_3 hexagonal dichtest gepackt.

- e. über Kanten zu Doppelketten verknüpfte Oktaeder

Verknüpfung: 4 Kanten

Formel: $\infty \left[\text{MX}_{3/3} \text{X}_{2/2} \right]$

Beispiel: KCdCl_3

- f. Ketten aus cis-kantenverknüpften Oktaedern, die wiederum über Ecken zu Doppelschichten verbunden sind

Verknüpfung: 2 Kanten und 2 Ecken

Formel: $\infty \left[\text{MX}_{3/3} \text{X}_{2/2} \right]$

Beispiel: MoO_3

- g. über Ecken zu Schichten verknüpfte Oktaederketten vom

$\alpha\text{-NbJ}_4$ - Typ

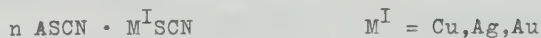
Verknüpfung: 2 Kanten und 2 Ecken

Formel: $\infty \left[\text{MX}_{4/2} \text{X}_{2/2} \right]$

Beispiel: $\text{VO}(\text{OH})_2$

2. Literaturüberblick

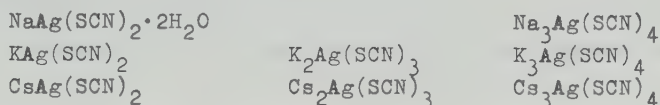
Alkalisalze der Thiocyanatokomplexe von d^{10} - Ionen mit der allgemeinen Zusammensetzung



sind vielfach untersucht worden. Angaben über Stöchiometrie, Kristallwassergehalt und Stabilität widersprechen sich oftmals und man sollte vor allem älterer Literatur mit kritischer Zurückhaltung begegnen. Im überwiegenden Teil der Arbeiten werden die Werte von Komplexbildungskonstanten, Löslichkeiten und thermodynamischen Größen mit physikalisch-chemischen Methoden, wie Potentiometrie, Polarographie und Spektroskopie, bestimmt. Diese Untersuchungen sind präparativ von geringem Interesse, da man meist Lösungen aus stöchiometrischen Gemischen der Thiocyanate einsetzt. Nur in Einzelfällen werden polykristalline Feststoffe beschrieben, die durch Abziehen des Lösungsmittels entstehen und deren Analysen selbstverständlich richtige Werte, nämlich die der Ausgangsprodukte ergeben.

Als kristallisierte Alkalithiocyanatocuprate(I) wurden bisher die Kalium- und Cäsiumverbindungen $\text{K}_2\text{Cu}(\text{SCN})_3$ ⁴⁰⁾, $\text{K}_6\text{Cu}(\text{SCN})_7$ ⁴¹⁾ und $\text{CsCu}(\text{SCN})_2$ ⁴²⁾ beschrieben. Der zweite Komplex, schon wegen seiner Summenformel ungewöhnlich, konnte in späteren Arbeiten nicht mehr bestätigt werden. In Lösung wies man die Anionen $[\text{Cu}(\text{SCN})_2]^-$, $[\text{Cu}(\text{SCN})_3]^{2-}$, $[\text{Cu}(\text{SCN})_4]^{3-}$, $[\text{Cu}(\text{SCN})_5]^{4-}$ und $[\text{Cu}(\text{SCN})_6]^{5-}$ nach⁴³⁾.

Der erste Silberthiocyanatokomplex ist das bereits von GÖSSMANN ⁴⁴⁾ erwähnte $\text{NH}_4\text{Ag}(\text{SCN})_2$. Nach der Jahrhundertwende werden in umfangreichen Arbeiten ^{42,45-48)} die Darstellungen folgender Verbindungen beschrieben:



Später wurde die Existenz der Tetrathiocyanatoargentate bei Raumtemperatur widerlegt. Röntgenographisch sind bisher nur Gitterkonstanten und Raumgruppe von $\text{KAg}(\text{SCN})_2$ ⁴⁹⁾ bestimmt worden.

1865 will CLEVE ⁵⁰⁾ das $\text{KAu}(\text{SCN})_2$ als den einzigen bis heute beschriebenen Gold(I)komplex hergestellt haben. BJERRUM und KIRSCHNER ⁵¹⁾ bestreiten die Reinheit der Verbindung und haben selbst nach einer anderen Darstellungsmethode erstmalig reinweißes $\text{KAu}(\text{SCN})_2$ erhalten, von dem es auch noch eine ziegelrote Modifikation geben soll.

Das Gebiet der Thiocyanatokomplexe von Zink, Cadmium und Quecksilber wurde nach 1900 von mehreren Autoren bearbeitet. Genannt seien WALDEN ⁵²⁾, WELLS ⁴²⁾, ROSENHEIM ⁵³⁾ und COHN ⁵⁴⁾ sowie GROSSMANN ⁵⁵⁾. Tabelle 2.1 zeigt die von ihnen hergestellten Verbindungen. Neueste IR-spektroskopische Untersuchungen ⁵⁶⁻⁶¹⁾ nennen eine Vielzahl weiterer Verbindungen, die in Tabelle 2.2 zusammengefaßt sind. Nach den oben angeführten Gründen liegen die meisten dieser Substanzen offensichtlich nicht als chemisch und kristallographisch einheitliche Stoffe vor, sondern als Gemische der Ausgangsverbin-

	$K_2Zn(SCN)_4 \cdot 3H_2O$ $Rb_2Zn(SCN)_4 \cdot 2H_2O$	
$NaCd(SCN)_3 \cdot 3H_2O$ $CsCd(SCN)_3$	$K_2Cd(SCN)_4 \cdot 2H_2O$ $Rb_2Cd(SCN)_4 \cdot 2H_2O$	$Cs_4Cd(SCN)_6$
$KHg(SCN)_3$ $RbHg(SCN)_3$ $CsHg(SCN)_3$	$Na_2Hg(SCN)_4$ $K_2Hg(SCN)_4$ $Rb_2Hg(SCN)_4$ $Cs_2Hg(SCN)_4 \cdot H_2O$	

Tabelle 2.1

Bis 1910 bekannte Zn-, Cd- und Hg-thiocyanatokomplexe

$NaZn(NCS)_3 \cdot H_2O$ $KZn(NCS)_3 \cdot 3H_2O$ $CsZn(NCS)_3 \cdot H_2O$	$Na_2Zn(NCS)_4 \cdot 3H_2O$ $Cs_2Zn(NCS)_4$ $NaKZn(NCS)_4 \cdot H_2O$ $NaCsZn(NCS)_4 \cdot H_2O$	
$NaCd(SCN)_3 \cdot H_2O$ $KCd(SCN)_3 \cdot 2H_2O$	$Na_2Cd(SCN)_4 \cdot 2H_2O$ $Cs_2Cd(SCN)_4$ $NaKCd(SCN)_4 \cdot 4H_2O$ $KCsCd(SCN)_4 \cdot H_2O$	$Na_4Cd(SCN)_6 \cdot 2H_2O$ $Cs_4Cd(SCN)_6 \cdot H_2O$ $Cs_4Cd(SCN)_6 \cdot 4H_2O$ $Na_2K_2Cd(SCN)_6 \cdot 3H_2O$ $Na_2Cs_2Cd(SCN)_6 \cdot 3H_2O$ $K_2Cs_2Cd(SCN)_6 \cdot 2H_2O$ $Na_3KCd(SCN)_6 \cdot 2H_2O$ $Na_3CsCd(SCN)_6 \cdot H_2O$ $NaK_3Cd(SCN)_6 \cdot 2H_2O$ $NaCs_3Cd(SCN)_6 \cdot H_2O$ $K_3CsCd(SCN)_6 \cdot H_2O$ $KCs_3Cd(SCN)_6 \cdot 4H_2O$
	$Cs_2Hg(SCN)_4$	

Tabelle 2.2

dungen. Dagegen müssen $K_2Zn(NCS)_4$ wfr. und $K_4Cd(NCS)_6$ als gesichert gelten, die von BÖHLAND und MÜHLE ²⁰⁾ für ^{14}N - NMR-Untersuchungen hergestellt wurden.

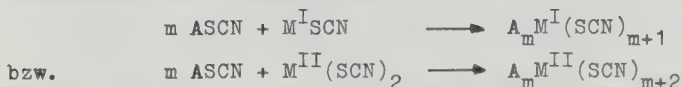
Röntgenstrukturanalysen wurden bisher am $KHg(SCN)_3$ und dem isostrukturellen $NH_4Hg(SCN)_3$ von ZHDANOV und SANADZE ⁶²⁾, am $K_2Hg(SCN)_4$, $K_2Cd(SCN)_4 \cdot 2H_2O$ und $K_2Zn(NCS)_4 \cdot 4H_2O$ von ZVONKOVA ⁶³⁾ und am $NH_4Ag(SCN)_2$ von LINDQVIST und STRANDBERG ⁶⁴⁾ durchgeführt. In den beiden erstgenannten Arbeiten konnten wegen der damals fehlenden Rechenmöglichkeiten nur zweidimensionale Daten verarbeitet werden, die sicheren Aufschluß lediglich über die Lagen der schweren Atome gaben. Die Parameter der leichten Atome C und N wurden aufgrund spektroskopischer Messungen nach geometrischen Gesichtspunkten postuliert. Gerade die Struktur des $K_2Cd(SCN)_4 \cdot 2H_2O$ ⁶⁵⁾ ist stark umstritten und scheint einer Überprüfung wert.

Vor kurzem wurden die noch unveröffentlichten, von BEAUCHAMP ⁶⁶⁾ durchgeführten röntgenographischen und IR-spektroskopischen Untersuchungen an verschiedenen Alkalithiocyanatomercuraten bekannt. Symmetrie und Metrik der Elementarzellen und die IR-Spektren stimmen mit den Ergebnissen dieser Arbeit überein. Der Autor berichtet auch erstmalig über die Verbindungen $LiHg(SCN)_3$ und $Na_2Hg(SCN)_4 \cdot 2H_2O$, doch konnten die Substanzen wegen ihrer Empfindlichkeit noch nicht röntgenographisch charakterisiert werden.

3. Präparative und röntgenographische Untersuchungen

3.1. Allgemeines

Zur Darstellung der Alkalithiocyanatometallate werden verschiedene Verfahren in der Literatur beschrieben. Am bequemsten erscheint die direkte Umsetzung der binären Thiocyanate in einem geeigneten Lösungsmittel:



Auch die Reaktion von Alkalithiocyanaten mit anderen, leichter zugänglichen Schwermetallsalzen, wie Halogeniden, Nitraten oder Sulfaten wurde untersucht, aber die Gefahr von Verunreinigungen durch diese Fremdionen und der Bildung von gemischten Thiocyanatohalogeno-, -nitro- oder -sulfatokomplexen erwies sich als Nachteil. Für einzelne Verbindungstypen, z.B. für lösungsmittelfreie Komplexe oder Gold(I)-verbindungen sind spezielle Präparationsmethoden entwickelt worden.

Die Wahl des Lösungsmittels - auch Gemische mehrerer Komponenten sind oft empfehlenswert -, die Temperatur, die Konzentrationsverhältnisse der Reaktanten und die Reihenfolge bei der Reaktion sind von eminenter Bedeutung für das Ergebnis. Schon geringfügige Variationen der Versuchsbedingungen können unterschiedliche Produkte entstehen lassen.

Charakteristisch für alle Komplexe ist:

1. thermische Labilität:

Bei Temperaturen oberhalb 130°-160°C zerfließen alle Verbindungen in ihrem Kristallwasser oder zersetzen sich unter

Verfärben und Abscheiden der entsprechenden Schwermetallsulfide. Deshalb ist weder eine Synthese mit Hilfe von Schmelzreaktionen möglich, noch kann man einen Festpunkt angeben. Differentialthermoanalytische und thermogravimetrische Untersuchungen bestätigten dieses Ergebnis.

2. Instabilität gegen Reduktions- und Oxidationsmittel:

Thiocyanatomercurate(II) sind an trockener Luft vollkommen beständig, zersetzen sich aber wie andere Hg(II)-verbindungen in Gegenwart von Reduktionsmitteln.

3. Lichtempfindlichkeit:

Quecksilber-, Kupfer-, Gold-, vor allem aber Silberthiocyanatverbindungen sind lichtempfindlich.

4. Löslichkeit:

Alle Verbindungen sind sehr gut wasserlöslich. Gerade die ternären Thiocyanate, die aus den leichten Homologen der Alkali- und der Schwermetallreihen bestehen, kristallisieren oftmals mit Solvatmolekülen aus. Kupfer-, Silber-, Gold- und manche Quecksilberkomplexe zersetzen sich beim Lösen wieder mehr oder weniger schnell.

5. Aufwachsungen:

Da in Lösung binäre und ternäre Thiocyanate im Gleichgewicht stehen, kristallisieren stets Gemische der verschiedenen End- und Ausgangsprodukte aus. Die untersuchten Verbindungen konnten daraus oft nur mechanisch unter dem Mikroskop abgetrennt werden. Wegen der ungünstigen Bedingungen bei den Kristallisationsversuchen, die nach der Verdunstungs- oder Temperaturgradientenmethode unternommen wurden, waren

die erhaltenen Kristalle meist stark verwachsen. Darunter litt die exakte Bestimmung von makroskopischen Größen, z.B. der Dichte und der Analysenwerte. Nur die röntgenographische Untersuchung konnte schließlich zweifelsfreie Aussagen über die Zusammensetzung geben.

Alle diese Eigenschaften erschwerten die Präparation der reinen, festen Substanzen und erklären, warum bisher nur wenige der Komplexe in ausreichend großen und stabilen Kristallen erhalten werden konnten, die für Röntgenuntersuchungen nötig sind.

3.2. Darstellung und Eigenschaften der binären Thiocyanate

3.2.1. Alkalithiocyanate

Da sich die Lithiumverbindungen in ihren kristallchemischen Eigenschaften oft grundlegend von den entsprechenden Verbindungen der höheren Homologen unterscheiden, wurden auch im Rahmen dieser Arbeit Lithiumthiocyanatometallate bewußt nicht untersucht.

NaSCN und KSCN sind gebräuchliche, in p.A.-Qualität erhältliche Chemikalien. Die Strukturen beider Verbindungen sind bereits bekannt ^{67,68)}.

RbSCN und CsSCN gewinnt man aus den Sulfaten durch Umsetzen mit Bariumthiocyanat. RbSCN ⁶⁹⁾ ist isotyp mit KSCN, während Symmetrie und Metrik von CsSCN ⁷⁰⁾ auf einen eigenen Struktur-

typ hindeuten.

Tabelle 3.1 gibt einen Überblick über die Daten der Alkalithiocyanate.

Verbindung	Molgewicht	Raumgruppe	Gitterkonstanten	V_{mol}	Z	$d_{\text{pyk.}}$
NaSCN	81.07	Pnma	a = 1345 b = 410 c = 566	47.0	4	1.735
KSCN	97.18	Pbcm	a = 666 b = 663.5 c = 758	50.4	4	1.886
RbSCN	143.55	Pbcm	a = 684.2 b = 689.2 c = 802.3	57.0	4	2.52
CsSCN	190.99	Pnma	a = 799 b = 632 c = 838	63.7	4	2.99

Tabelle 3.1

Daten der Alkalithiocyanate

3.2.2. Thiocyanate der d^{10} -Metallionen

CuSCN kann durch Reduktion einer Lösung aus Cu^{II} -Salz und Alkalithiocyanat mit alkalischem Sulfit oder freiem SO_2 ⁷¹⁾ oder durch freiwillige Selbstzersetzung von $\text{Cu}(\text{SCN})_2$ in sehr verdünnter Lösung hergestellt werden ⁷²⁾. Der zweiten Methode wurde zur Darstellung einer größeren Menge CuSCN der Vorzug

gegeben, da sie ein sehr reines Produkt liefert.

AgSCN entsteht bei allen Umsetzungen von löslichen Silberverbindungen mit Thiocyanationen und ist Fällungsprodukt bei vielen argentometrischen Analysenverfahren. Die Struktur des AgSCN wurde von LINDQVIST ³³⁾ gelöst und zeigt einen Aufbau aus unendlichen Ag-SCN-Ketten mit linear koordinierten Ag^+ -Ionen.

AuSCN erhält man bei Einwirkung von flüssigem Dirhodan auf fein verteiltes Gold ⁷³⁾ und bei der Zersetzung von Organothiocyanatoauraten(I).

Zn(NCS)₂ und Cd(SCN)₂ stellt man entweder in wäßriger Lösung aus den Sulfaten durch Umsetzen mit Bariumthiocyanat ⁷⁴⁾ oder in Äthanol durch Mischen von Lösungen des Nitrats und von Kaliumthiocyanat dar ⁷⁵⁾. Das zweite Verfahren führt zu kristallwasserfreien Verbindungen. Um zu besonders reinem und trockenem Zn(NCS)_2 zu gelangen, wurde auch die Umsetzung von Zinkcarbonat und Thiocyanwasserstoffsäure in absolutem Äthanol ⁷⁶⁾ angewandt.

Hg(SCN)₂ ist analysenrein im Handel erhältlich. Es kann durch Fällern einer Hg^{II} -salzlösung mit Alkalithiocyanat hergestellt werden. Die Struktur des Hg(SCN)_2 wurde von BEAUCHAMP ⁷⁷⁾ aufgeklärt.

Tabelle 3.2 gibt einen Überblick über die Daten der d¹⁰-Element-thiocyanate.

Verbindung	Molgewicht	Raumgruppe	Gitterkonstanten	V_{mol}	Z	$d_{\text{pyk.}}$
CuSCN	121.62	nicht bekannt				2.999
AgSCN	165.95	C2/c	a = 874 b = 796 c = 816 $\beta = 93.31^\circ$	42.7	8	3.920
AuSCN	225.05	nicht bekannt				
Zn(NCS) ₂	181.53	nicht bekannt				
Cd(SCN) ₂	228.56	nicht bekannt				
Hg(SCN) ₂	316.75	C2/m	a = 1087.8 b = 404.2 c = 643.5 $\beta = 95.28^\circ$	84.8	2	3.71

Tabelle 3.2

Daten der d¹⁰-Thiocyanate

3.3. Untersuchungen von Thiocyanatocupraten(I)

Die Darstellung von Thiocyanatocupraten(I) war mit großen präparativen Schwierigkeiten verbunden. Das ist nicht verwunderlich, denn bisher konnte auch das binäre CuSCN noch nicht kristallin hergestellt und röntgenographisch charakterisiert werden. Da CuSCN sich in keinem bekannten Lösungsmittel merklich löst, wurden umfangreiche Versuchsserien durchgeführt, um brauchbare Reaktionsmedien und -bedingungen für die Umsetzung der binären Thiocyanate zu finden. Ein allgemein erfolgver-

sprechendes Verfahren konnte nicht entwickelt werden. Die Bildung von Komplexsalzen wurde aber beobachtet, wenn man festes CuSCN in hochkonzentrierte wäßrige Alkalithiocyanatlösungen eintrug, die im großen Überschuß vorgelegt waren. Die jeweils optimalen Molverhältnisse sind bei den einzelnen Verbindungen angegeben. Nach mehrtägigem Rühren hatte sich meist alles CuSCN zu einer öligen Flüssigkeit gelöst. Schwaches Erwärmen konnte die Reaktion nur unwesentlich beschleunigen. Beim Verdünnen mit Wasser fiel sofort wieder CuSCN aus.

a. NaSCN - CuSCN:

Aus einem Ansatz 6:1 fielen farblose Blättchen einer Kristallwasserhaltigen Verbindung aus, die sich an Luft sofort zu einem weißen Pulver zersetzten. Wegen ihrer Instabilität konnten die Kristalle bisher nicht näher untersucht werden.

b. KSCN - CuSCN:

Aus einem Ansatz 6:1 fielen farblose, hygroscopische Nadeln aus, die an Luft einige Minuten beständig waren. Die Analyse (Cu ber. 20.1%, gef. 18.0%; K ber. 24.7%, gef. 25.3%) ergab die Zusammensetzung $K_2Cu(SCN)_3$. Von einem in Zaponlack eingebetteten Kristall konnten mit Hilfe eines vollständigen Satzes von Einkristallaufnahmen die Gitterparameter bestimmt werden.

<u>Kaliumtrithiocyanatocuprat(I)</u>	$K_2Cu(SCN)_3$
Formelgewicht:	315.99
Habitus:	farblose orthorhombische Nadeln parallel der [100]-Richtung
Raumgruppe:	Pbca - D_{2h}^{15} (Nr. 61)

Verfeinerte Gitterkonstanten aus 36 standardisierten Pulverreflexen:	$a = 718.3 \pm 0.6 \text{ pm}$ $b = 1841.3 \pm 1.4 \text{ pm}$ $c = 1499.8 \pm 1.5 \text{ pm}$
Volumen:	$1983.54 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	8
Dichten:	$d_{\text{pyk}} = 2.05 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}, d_{\text{rö}} = 2.11 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

Weitere Kaliumthiocyanatocuprate(I) konnten nicht erhalten werden.

c. RbSCN - CuSCN und CsSCN - CuSCN:

Gibt man zu gesättigten RbSCN- bzw. CsSCN-Lösungen festes CuSCN, so tritt sofort unter Zersetzung eine Gelbfärbung auf. Kristalle konnten nicht isoliert werden.

3.4. Untersuchungen von Thiocyanatoargentaten(I) x)

Thiocyanatoargentate werden analog den Cupraten dargestellt. Sie zeichnen sich allgemein durch größere Stabilität und geringere Hygroskopizität verglichen mit den Kupferverbindungen aus. Dies beruht wahrscheinlich auf dem größeren Radius des Ag^+ -Ions ($r_{\text{Ag}^+} = 126 \text{ pm}$, $r_{\text{Cu}^+} = 96 \text{ pm}$), das zusammen mit den voluminösen SCN-Ionen eine energetisch stabilere Packung im Kristallverband erlaubt. Bei der Reaktion muß wiederum ein sehr großer Alkalithiocyanatüberschuß vorgelegt werden, in dem sich aber AgSCN besser als CuSCN löst. Beim Verdünnen fällt AgSCN aus.

x) Herrn H.P.Grund danke ich für die Mithilfe bei der Untersuchung der Cuprate und Argentate.

a. NaSCN - AgSCN:

Aus einem Ansatz 10:1 entstanden durchsichtige, zersetzliche Nadeln der Zusammensetzung $\text{NaAg}(\text{SCN})_2$ (Analyse: Ag ber. 43.7%, gef. 39.9%; Na ber. 9.3%, gef. 9.1%). Ein vollständiger Satz von Einkristallaufnahmen führte zu folgenden Kristalldaten:

<u>Natriumdithiocyanatoargentat</u>	$\text{NaAg}(\text{SCN})_2$
Formelgewicht:	247.02
Habitus:	farblose orthorhombische Nadeln, Achse parallel [001]
Raumgruppen:	$\text{Cccm} - D_{2h}^{20}$ (Nr. 66) oder $\text{Ccc2} - C_{2v}^{13}$ (Nr. 37)
Verfeinerte Gitterkonstanten aus 31 standardisierten Pulverreflexen:	$a = 484.9 \pm 0.2 \text{ pm}$ $b = 2364.0 \pm 1.0 \text{ pm}$ $c = 692.0 \pm 0.3 \text{ pm}$
Volumen:	$793.29 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	4
Röntgendichte:	$d_{\text{rö}} = 2.07 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

Die sehr ähnlichen Gitterkonstanten des $\text{NH}_4\text{Ag}(\text{SCN})_2$ ⁶⁴⁾ ($a = 402 \text{ pm}$, $b = 2386 \text{ pm}$, $c = 723 \text{ pm}$, $\beta = 96.08^\circ$) deuten auf eine Strukturverwandtschaft hin und man kann annehmen, daß die $\text{NH}_4\text{Ag}(\text{SCN})_2$ -Struktur wegen der anisotropen Form des Ammoniumions und der Wasserstoffbrücken-Bindungen nur eine monoklin verzernte Variante des noch unbekannten $\text{NaAg}(\text{SCN})_2$ -Typs ist. Es soll nicht verschwiegen werden, daß im $\text{NaAg}(\text{SCN})_2$ das Molvolumen um 30% über der Summe der Volumina von AgSCN und NaSCN liegt. Ähnliche Zahlen werden für das $\text{NH}_4\text{Ag}(\text{SCN})_2$ beobachtet.

Eine Summenformel $\text{NaAg}(\text{SCN})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ würde den Analysenwerten besser entsprechen und mit der Volumenbedingung im Einklang stehen. Eine Überprüfung der Zusammensetzung der Na- wie der NH_4 -Verbindung scheint deshalb in einer späteren Arbeit nötig.

b. KSCN - AgSCN:

Ebenfalls aus einem Ansatz 10:1 erhält man nicht wie im NaSCN-AgSCN-System den Dithiocyanatokomplex, sondern die Verbindung $\text{K}_2\text{Ag}(\text{SCN})_3$ in Form kompakter Kristalle (Analyse: Ag ber. 29.9%, gef. 27.4%; K ber. 21.7%, gef. 21.6%). Mit einem vollständigen Satz von Einkristallaufnahmen ergaben sich folgende Gitterparameter:

<u>Kaliumtrithiocyanatoargentat</u>	$\text{K}_2\text{Ag}(\text{SCN})_3$
Formelgewicht:	360.32
Habitus:	kompakte Kristalle ohne ausgeprägte Kanten
Raumgruppe:	$\text{P2}_1/\text{n} - \text{C}_{2\text{h}}^5$ (Nr. 14)
Verfeinerte Gitterkonstanten aus 37 standardisierten Pulverreflexen:	$a = 1065.4 \pm 1.3 \text{ pm}$ $b = 1996.5 \pm 2.2 \text{ pm}$ $c = 991.7 \pm 0.9 \text{ pm}$ $\beta = 105.86 \pm 0.07^\circ$
Volumen:	$2028.98 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	8
Dichten:	$d_{\text{pyk}} = 2.27 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}, d_{\text{rö}} = 2.36 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

c. RbSCN - AgSCN:

Unter gleichen Bedingungen wie unter a. und b. fallen blättchenförmige Kristalle der Formel $\text{RbAg}(\text{SCN})_2$ aus (Analyse: Ag ber.

34.9%, gef. 33.1%; Rb ber. 27.6%, gef. 24.5%). Gezielte Versuche zur Darstellung des Trikomplexes waren noch nicht erfolgreich. Einkristallaufnahmen führten zu den Kristalldaten:

<u>Rubidiumdithiocyanatoargentat</u> $\text{RbAg}(\text{SCN})_2$	
Formelgewicht:	309.50
Habitus:	farblose orthorhombische Blättchen $\perp$ zur [100]-Richtung
Raumgruppe:	$\text{Pbca} - D_{2h}^{15}$ (Nr. 61)
Verfeinerte Gitterkonstanten aus 40 standardisierten Pulverreflexen:	$a = 1832.6 \pm 0.5 \text{ pm}$ $b = 1093.7 \pm 0.4 \text{ pm}$ $c = 685.8 \pm 0.2 \text{ pm}$
Volumen:	$1374.56 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	8
Röntgendichte:	$d_{\text{rö}} = 2.99 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

Die ähnlichen Gitterkonstanten von $\text{KAg}(\text{SCN})_2$ ⁴⁹⁾ ($a = 663 \text{ pm}$, $b = 1083 \text{ pm}$, $c = 1800 \text{ pm}$) weisen auf Isotypiebeziehungen hin. Die Autoren nennen allerdings Raumgruppen (Pccm bzw. Pcca) mit abweichenden Gleitkomponenten, sodaß eine Überprüfung nötig ist.

d. CsSCN - AgSCN:

In diesem System fiel aus einem Ansatz 10:1 ein Gemisch farbloser Kristallnadeln aus, dessen Hauptbestandteil $\text{Cs}_3\text{Ag}(\text{SCN})_4$ war (Analyse: Ag ber. 14.6%, gef. 15.7%) und das unter anderem $\text{CsAg}(\text{SCN})_2$ enthielt. An einer Kristallnadel des Dithiocyanatoargentats wurden mit Hilfe von Einkristallaufnahmen folgende Kristalldaten gemessen:

<u>Cäsiumdithiocyanatoargentat</u>	$\text{CsAg}(\text{SCN})_2$
Formelgewicht:	356.94
Habitus:	feine farblose, stark verwachsene Nadeln
Raumgruppe:	$\text{P2}_1/\text{c} - \text{C}_{2\text{h}}^5$ (Nr. 14)
Verfeinerte Gitterkonstanten aus 48 standardisierten Pulverreflexen:	$a = 1011.8 \pm 1.0 \text{ pm}$ $b = 1568.7 \pm 1.6 \text{ pm}$ $c = 1686.4 \pm 1.8 \text{ pm}$ $\beta = 90.81 \pm 0.09^\circ$
Volumen:	$2676.49 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	16
Röntgendichte:	$d_{\text{rö}} = 3.54 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

3.5. Untersuchungen von Thiocyanatozinkaten

Wie in anderen Verbindungsklassen hängen auch bei den Thiocyanatometallaten der 2.Nebengruppe die Eigenschaften der Verbindungen von der Größe des Zentralions ab. Für Thiocyanatozinkate sollte man im Vergleich zu den -cadmaten und -mercurationen ($r_{\text{Zn}}^{2+} = 74 \text{ pm}$, $r_{\text{Cd}}^{2+} = 97 \text{ pm}$, $r_{\text{Hg}}^{2+} = 110 \text{ pm}$) geringe Stabilität - besonders der Komplexsalze mit den leichten Alkalikationen - und hohe Affinität zu Solvatmolekülen erwarten, die sich in Hygroskopizität, geringer Kristallisationsbereitschaft aus Lösung und Kristallsolvatgehalt äußert. Wegen der guten

Löslichkeit der Ausgangsstoffe in polaren Lösungsmitteln wurden Zinkthiocyanat und Alkalithiocyanate in Wasser, Methanol, abs. Äthanol oder Gemischen davon im stöchiometrischen Verhältnis umgesetzt.

a. NaSCN - Zn(NCS)₂:

Aufgrund der oben erwähnten Überlegungen müssen Natrium-isothiocyanatozinkate sehr unbeständig sein. Trotz Anwendung verschiedenster Ansätze, Lösungsmittel und Reaktionsbedingungen konnten keine kristallinen Substanzen außer den Ausgangsverbindungen erhalten werden.

b. KSCN - Zn(NCS)₂:

Bei Anwendung von Molverhältnissen 4:1 bis 1:1 und verschiedener Lösungsmittel entstand als einzige kristallisierte Verbindung das schon bekannte $K_2Zn(NCS)_4 \cdot 4 H_2O$. Ein Kristallwassergehalt von 3 H_2O , wie in ¹¹²⁾ angegeben, scheidet nach den Analysen aus (Zn ber. 14.6%, gef. 14.5%; SCN ber. 51.9%, gef. 52.0%; H ber. 1.7%, gef. 1.5%; N ber. 10.2%, gef. 9.7%).

c. RbSCN - Zn(NCS)₂:

Die Umsetzung von festem $Zn(NCS)_2$ mit einer heiß gesättigten, wäßrigen RbSCN-Lösung in verschiedenen Molverhältnissen führte nur zu Kristallnadeln von $Rb_2Zn(NCS)_4 \cdot 4 H_2O$ (Analyse: Zn ber. 12.1%, gef. 12.4%; SCN ber. 43.0%, gef. 44.4%; H ber. 1.5%, gef. 1.0%). Ein vollständiger Satz von Einkristallaufnahmen lieferte folgende Kristalldaten:

<u>Rubidiumtetrakisothiocyanatozinkat-4-Hydrat</u> $\text{Rb}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$	
Formelgewicht:	540.70
Habitus:	lange, farblose Nadeln, Achse parallel [001]
Raumgruppe:	$P2_12_12 - D_2^3$ (Nr. 18)
Verfeinerte Gitterkonstanten aus 24 standardisierten Pulverreflexen:	$a = 1156 \pm 1.5 \text{ pm}$ $b = 1309 \pm 1.8 \text{ pm}$ $c = 540 \pm 0.9 \text{ pm}$
Volumen:	$817 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	2
Dichten:	$d_{\text{pyk}} = 2.16 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}, d_{\text{rö}} = 2.13 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

Ein Vergleich mit den Daten des $\text{K}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ ($a = 1111 \text{ pm}$, $b = 1304 \text{ pm}$, $c = 541 \text{ pm}$) und die Ähnlichkeit der IR-Spektren und der Pulverdiagramme beweisen eindeutig, daß beide Verbindungen isotyp sind.

d. $\text{CsSCN} - \text{Zn}(\text{NCS})_2$:

Bei Umsetzungen in verschiedenen Molverhältnissen kristallisieren aus der Lösung als Bodenkörper farblose, kompakte Kristalle der Zusammensetzung $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ aus (Analyse: Zn ber. 11.24%, gef. 11.08%; SCN ber. 39.9%, gef. 38.9%). Diese Kristalle sind nicht luftbeständig, sondern zerfallen in Minuten zu einem weißen Pulver, bei dem es sich wahrscheinlich um das wasserfreie $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4$ handelt. Besonders große Einkristalle des Monohydrats konnten durch rasche Präparation mit einer Lack-Schutzschicht umgeben und so einige Zeit vor weiterer Zersetzung geschützt werden. Mit mehreren Kristallen wurden Einkristallaufnahmen erhalten, die leider nur unvoll-

ständige Kristalldaten lieferten. Eine Verfeinerung der Gitterkonstanten durch Pulveraufnahmen war nicht möglich.

<u>Cäsiumtetraisoithiocyanatozinkat-Hydrat</u>		$\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Formelgewicht:	571.52	
Habitus:	durchsichtige, kompakte Kristalle	
Raumgruppe:	$I43m - T_d^3$ (Nr. 217) (siehe Abschnitt 4.6.)	
nicht korrigierte Gitterkonstante aus mehreren Einkristallaufnahmen:	$a = 970 \pm 3 \text{ pm}$	
Volumen:	$913 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$	
Zahl der Formeleinheiten:	2	
Dichten:	$d_{\text{pyk}} = 2.26 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ (für $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4$) $d_{\text{rö}} = 2.08 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ (für $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	

Die Pulveraufnahmen der wasserfreien Verbindung $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4$ (Analyse: Zn ber. 11.60%, gef. 11.45%; SCN ber. 41.2%, gef. 40.1%; C ber. 8.53%, gef. 8.51%) und des bei der Umsetzung in absolutem Äthanol entstehenden $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (Analyse: Zn ber. 10.72%, gef. 10.66%; SCN ber. 38.1%, gef. 37.9%; N ber. 9.20%, gef. 8.93%; H ber. 0.9%, gef. 0.8%) sind sehr linienreich, deuten auf niedrige Symmetrie hin und konnten nicht indiziert werden.

Trotz intensiver präparativer Bemühungen gelang es nicht, einen Trikomplex " $\text{CsZn}(\text{NCS})_3$ " kristallin herzustellen.

3.6. Untersuchungen von Thiocyanatocadmaten

Die binären Thiocyanate $\text{Zn}(\text{NCS})_2$ und $\text{Cd}(\text{SCN})_2$ sind sich in ihren chemischen und physikalischen Eigenschaften sehr ähnlich. Deshalb sollte man eigentlich erwarten, daß zwischen den komplexen Thiocyanatozinkaten und -cadmaten keine großen Unterschiede auftreten. Im $\text{Cd}(\text{SCN})_2$ -System wurden die gleichen Darstellungsmethoden wie bei den Zinkverbindungen angewendet. Als Reaktionsmedien erwiesen sich Äthanol-Wasser-Gemische als sehr geeignet.

a. KSCN - $\text{Cd}(\text{SCN})_2$:

Aus einem Ansatz 2:1 entsteht eine ölige Flüssigkeit, die nicht zur Kristallisation neigt. Nach Abziehen des Lösungsmittels bleiben farblose, prismatische Kristalle des schon bekannten $\text{K}_2\text{Cd}(\text{SCN})_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ zurück. Trocknen im Hochvakuum bei 50°C über P_2O_5 führt zu wasserfreiem $\text{K}_2\text{Cd}(\text{SCN})_4$ als weißem Pulver, das wegen seiner Zerfließlichkeit an Luft nicht weiter untersucht wurde.

b. RbSCN - $\text{Cd}(\text{SCN})_2$:

Aus einer wäßrig-äthanolischen Lösung mit dem Ansatz 2:1 fielen farblose Blättchen aus, denen nach IR-Spektrum und Analyse (Cd ber. 20.4%, gef. 20.8%; SCN ber. 42.1%, gef. 41.0%) die Formel $\text{Rb}_2\text{Cd}(\text{SCN})_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ zukommt und deren Pulverdiagramm Isotypie zum $\text{K}_2\text{Cd}(\text{SCN})_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ beweist. Bei der Reaktion im Molverhältnis 1:1 entstand $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$, dessen Struktur vollständig aufgeklärt wurde. Weitere Daten siehe Abschnitt 4.2.

c. CsSCN - Cd(SCN)₂:

Beim Mischen äthanolischer Lösungen von CsSCN und Cd(SCN)₂ fällt bei allen Molverhältnissen schon aus verdünnten Lösungen CsCd(SCN)₃ als weißes Pulver aus, dessen Struktur röntgenographisch gelöst wurde. Weitere Daten siehe Abschnitt 4.3. Trennt man aus einer CsSCN im Überschuß enthaltenden Lösung das ausgefallene CsCd(SCN)₃ ab und engt fast bis zur Trockene ein, so erhält man Cs₄Cd(SCN)₆·2 H₂O in Form kleiner Quader (Analyse: Cs ber. 51.7%, gef. 48.8%; Cd ber. 10.9%, gef. 11.0%; SCN ber. 33.9%, gef. 34.5%). Diese alkalireiche Verbindung wurde nicht näher untersucht.

3.7. Untersuchungen von Thiocyanatomercuraten

Von allen bisher beschriebenen Thiocyanatokomplexen sind die Mercurate die stabilsten. Dies drückt sich in extrem hohen Komplexbildungskonstanten für die Anionen [Hg(SCN)₃]⁻ und [Hg(SCN)₄]²⁻ aus. Umsetzungen erfolgten durch spatelweises Zugabe von festem Hg(SCN)₂ zu siedenden, konzentrierten Alkali-thiocyanatlösungen.

a. NaSCN - Hg(SCN)₂:

Aus einem Ansatz 2:1 entstand eine sirupöse, stark lichtbrechende, übersättigte Lösung, die durch Einengen über P₂O₅ zur Kristallisation gezwungen wurde. Dabei konnten durchsichtige, schwach gelbliche Prismen der Zusammensetzung

$\text{Na}_2\text{Hg}(\text{SCN})_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (Analyse: Na ber. 8.9%, gef. 8.6%; Hg ber. 38.9%, gef. 38.5%) isoliert werden, die an Luft zu einem weißen Pulver zerfielen. Das wasserfreie $\text{Na}_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$ (Analyse: Hg ber. 41.9%, gef. 39.5%) wurde aus dem Dihydrat durch Entwässern im Ölpumpenvakuum über P_2O_5 bei 50°C gewonnen. Beide Verbindungen konnten nicht in kristallisierter Form erhalten werden und wurden röntgenographisch nicht weiter untersucht. Die Darstellung eines Trikomplexes " $\text{NaHg}(\text{SCN})_3$ " gelang nicht.

b. KSCN - $\text{Hg}(\text{SCN})_2$:

Umsetzungen verschiedener Molverhältnisse in Methanol ergaben nur die schon bekannte Verbindung $\text{KHg}(\text{SCN})_3$ in Form langer, klarer Nadeln (Analyse: K ber. 9.4%, gef. 8.3%; Hg ber. 48.6%, gef. 48.9%). Allerdings weichen die neu bestimmten Gitterkonstanten signifikant von den veröffentlichten Daten ⁶²⁾ ab.

<u>Kaliumtrithiocyanatomercurat</u>	$\text{KHg}(\text{SCN})_3$
Formelgewicht:	413.94
Habitus:	lange, durchsichtige Nadeln, Achse parallel [010]
Raumgruppe:	$\text{P}2_1/\text{m} - \text{C}_{2\text{h}}^2$ (Nr. 11)
Verfeinerte Gitterkonstanten aus 40 Pulverreflexen: x)	
	$a = 1128 \pm 2 \text{ pm}$
	$b = 409 \pm 1 \text{ pm}$
	$c = 1097 \pm 2 \text{ pm}$
	$\beta = 115.39 \pm 0.16^\circ$
Volumen:	$457.22 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	2
Dichten:	$d_{\text{pyk}} = 3.00 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}, d_{\text{rö}} = 3.00 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

x) Literaturwerte: $a=1108$, $b=407$, $c=1091$, $\beta=114.92$, $d_{\text{rö}}=3.05 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

Das ebenfalls schon bekannte $K_2Hg(SCN)_4$ ⁵⁴⁾ wurde aus einem Ansatz 2:1 in Wasser gewonnen.

c. RbSCN - $Hg(SCN)_2$:

Reines $RbHg(SCN)_3$ stellt man in verdünntem Äthanol durch Reaktion im Molverhältnis 1:1 her. Seine Struktur wurde röntgenographisch vollständig geklärt. Weitere Daten siehe Abschnitt 4.4. Aus Gemischen mit Verhältnissen größer 2:1 fällt $Rb_2Hg(SCN)_4$ (Analyse: Hg ber. 33.2%, gef. 33.3%) in Form kompakter Kristalle aus. Es wurden folgende Gitterparameter bestimmt:

<u>Rubidiumtetrathiocyanatomercurat</u> $Rb_2Hg(SCN)_4$	
Formelgewicht:	603.86
Habitus:	kompakte, klare Kristalle ohne Vorzugsrichtung
Raumgruppen:	$C2/c - C_{2h}^6$ (Nr. 15) oder $Cc - C_s^4$ (Nr. 9)
Verfeinerte Gitterkonstanten aus 32 Pulverreflexen:	
	$a = 1072 \pm 1.5 \text{ pm}$
	$b = 1677 \pm 2.0 \text{ pm}$
	$c = 771 \pm 1.2 \text{ pm}$
	$\beta = 107.00 \pm 0.15^\circ$
Volumen:	$1325.5 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	4
Röntgengichte:	$d_{r\ddot{o}} = 3.02 \frac{g}{cm^3}$

d. CsSCN - $Hg(SCN)_2$:

Zu den durch Reaktion 1:1 aus Methanol erhältlichen Kristallnadeln von $CsHg(SCN)_3$ siehe Abschnitt 4.5. Aus einem Ansatz 2:1 in Methanol kristallisierten farblose,

kompakte Kristalle von $\text{Cs}_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$ aus (Analyse: Cs ber. 38.0%, gef. 36.6%; Hg ber. 28.7%, gef. 29.5%), von denen folgende Gitterdaten ermittelt wurden:

<u>Cäsiumtetrathiocyanatomercurat</u>	$\text{Cs}_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$
Formelgewicht:	698.73
Habitus:	kompakte, klare Kristalle mit ausgeprägter Kante parallel der [001]-Richtung
Raumgruppen:	$\text{C}2/c - \text{C}_{2h}^6$ (Nr. 15) oder $\text{Cc} - \text{C}_s^4$ (Nr. 9)
Verfeinerte Gitterkonstanten aus 26 Pulverreflexen:	
	$a = 1094 \pm 1.5 \text{ pm}$
	$b = 1719 \pm 2.0 \text{ pm}$
	$c = 794 \pm 1.2 \text{ pm}$
	$\beta = 106.56 \pm 0.15^\circ$
Volumen:	$1431.3 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	4
Röntgendichte:	$d_{\text{rö}} = 3.24 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

Die Ähnlichkeit der Gitterdimensionen, der Pulverdiagramme und der IR-Spektren beweist Isotypie zwischen den Tetrathiocyanatomercuraten von Rb und Cs.

4. Strukturuntersuchungen

4.1. Allgemeines

4.1.1. Darstellung der Verbindungen und Präparation der Einkristalle

Alle vier im folgenden beschriebenen und in ihrer Struktur vollständig aufgeklärten Verbindungen wurden gleichartig behandelt. Zur Darstellung wurden stöchiometrische Mengen der binären Thiocyanate in einer wäßrig-äthanolischen Lösung unter Rühren bis zum Sieden erhitzt. Beim raschen Abkühlen fielen die Komplexsalze als weiße Pulver aus, die abgetrennt und getrocknet wurden.

Für Röntgenstrukturanalysen brauchbare Einkristalle konnten aus speziellen wäßrigen Lösungsmittelgemischen nach dem isothermen Verdunstungsverfahren bei $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ gezüchtet werden. Von allen vier Verbindungen wurden klare, völlig durchsichtige Einkristalle mit Kantenlängen bis zu mehreren Millimetern gewonnen. Der Zusatz von Wasser und die sehr langsame Wachstumsgeschwindigkeit beeinflussten die Kristalltracht günstig, denn es wurden durchwegs kompakte Quader erhalten im Gegensatz zu mehr nadelförmigen Kristallen, die beim schnellen Abkühlen ausfallen.

Da zu große Kristalle wegen Absorption, Sekundärextinktion und Nichtlinearität der Meßeinrichtung bei hohen Reflexintensitäten, zu kleine Kristalle dagegen durch niedriges Signal-Untergrund-Verhältnis und schlechte Zählstatistik die Güte der Intensitätsmessung herabsetzen, wurden die Ein-

kristalle zu Kugeln geschliffen, die für jede Substanz einen exakt definierten Durchmesser haben mußten. Dazu wurden gro-
se Kristallquader abwechselnd in einer Kristallmühle rundge-
schliffen, mit gekühlten Äthanol-Wasser-Gemischen blank ge-
löst und in einer unpolaren Flüssigkeit, wie Petroläther oder
Toluol, gewaschen und getrocknet, bis die gewünschte Größe
der Kugeln erreicht war. Diese wurden ohne Orientierung auf
die Spitze eines Quarzfadens geklebt und nach dem Antrocknen
noch mehrere Stunden bei 40°C getempert, um den Kristall mit
einer harten, unlöslichen Schutzschicht zu umgeben, die ihn
haltbar und völlig inert gegen äußere Einflüsse macht.

4.1.2. Röntgenographische Datensammlung und Herstellen eines unabhängigen Datensatzes

Die Reflexintensitäten wurden mit einem automatischen
Vierkreisdiffraktometer vom Typ Y290 der Fa. HILGER & WATTS
gemessen, das im on-line-Betrieb von einem Prozeßrechner
PDP 8/I der Fa. DIGITAL gesteuert wird. Die Messung erfolgte
im ω -2 θ -Scan mit graphit-monochromatisierter MoK α -Strahlung
($\lambda = 70.926$ pm). Scanrate und -breite wurden der jeweiligen
Streukraft und Reflexform angepaßt und waren bei jeder Ver-
bindung verschieden. Vor Beginn der Messung wurden Gitter-
konstanten und Raumgruppe mit Hilfe eines vollständigen
Satzes von Filmaufnahmen nach der Drehkristall-, Precession-

und Weissenberg- bzw. de Jong- Technik bestimmt. Die photographisch ermittelten Reflexintensitäten dienten zur Kontrolle für die richtige Arbeitsweise des Diffraktometers. Die Verfeinerung der Gitterparameter erfolgte mit den vom Diffraktometer bestimmten Winkелеinstellungen und lieferte weitaus genauere Werte, als aus Pulveraufnahmen erhältlich sind. Aus der gesamten Reflexionskugel wurden einzelne Oktanten, Quadranten, Halbkugeln oder die ganze Kugel schalenweise vermessen. Da durch Symmetrieäquivalenz jeder Reflex mehrfach (bis zu 8x) bestimmt wurde, mußte ein Satz mit unabhängigen Daten durch Mittelung geschaffen werden. Reflexe, deren Intensität nach Lorentz- und Polarisationskorrektur kleiner als die dreifache Standardabweichung 3 σ war, wurden als unbeobachtet für weitere Rechnungen nicht mehr herangezogen. Zur Berechnung der Standardabweichung mußte für einzelne Intensitätsgruppen ein zusätzlicher individueller Fehlerfaktor in die Gewichtssetzung eingeführt werden. Dieser wurde nötig, da sich eine apparativ bedingte und nicht durch die Zählstatistik erklärbare Abhängigkeit der Toleranz von der Impulszahl bemerkbar machte.

Zur Absorptionskorrektur, die für kugelförmige Kristalle mit vertretbarem mathematischen Aufwand recht zuverlässige Ergebnisse liefert, wurden Massenschwächungskoeffizienten aus den Internationalen Tabellen ⁷⁸⁾ verwendet. Die damit berechenbaren Absorptionsfaktoren wurden der Arbeit von WEBER ⁷⁹⁾ entnommen und linear interpoliert.

4.1.3. Strukturbestimmung und -verfeinerung

Die Strukturen wurden nach gängigen Verfahren mit FOURIER- und least-squares-Methoden gelöst und verfeinert. Zur Modellfindung wurden PATTERSON-Synthesen herangezogen, die Modelle mit FOURIER-Synthesen auf ihre Relevanz geprüft, die Koordinaten von leichten Elementen neben Schweratomen mit Hilfe von Differenzen-FOURIER-Analysen bestimmt und die so gewonnenen Parameter mit full-matrix-least-squares-Rechnungen verfeinert.

Mit den von MOORE ⁸⁰⁾ aus self-consistent-field-Rechnungen und nach der FERMI-DIRAC-Statistik erhaltenen Konstanten konnten die Atomformfaktoren berechnet werden.

Nach Abschluß des letzten Verfeinerungszyklus mit anisotropen Temperaturfaktoren waren die stärksten Reflexe im Vergleich zu den berechneten Werten immer zu schwach gemessen worden. Dieser Effekt deutete auf Sekundärextinktion hin und war rechnerisch nicht exakt erfaßbar. Deshalb wurden diese Reflexe als besondere Gruppe ausgesondert und sind in den Strukturfaktortabellen als Anhang aufgeführt. Ein darauf folgender Verfeinerungszyklus beeinflusste die Ortsparameter nicht mehr, ließ den Zuverlässigkeitsfaktor der Strukturbestimmung

$$R = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|} \quad \text{aber deutlich sinken, was als}$$

Beweis für die Richtigkeit dieser Maßnahme dienen kann.

4.2. Strukturbestimmung des $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$

4.2.1. Kristall- und Meßdaten

<u>Rubidiumtrithiocyanatocadmat</u>	$\text{RbCd}(\text{SCN})_3$
Formelgewicht:	372.12
Habitus:	Prismen mit Kanten parallel der [010]-Richtung
Raumgruppe:	$P2_1/n - C_{2h}^5$ (Nr. 14)
verfeinerte Gitterkonstanten aus Diffraktometermeßwerten:	$a = 571.20 \pm 0.10 \text{ pm}$ $b = 1319.44 \pm 0.22 \text{ pm}$ $c = 1268.28 \pm 0.20 \text{ pm}$ $\beta = 94.20 \pm 0.05^\circ$
Volumen der Elementarzelle:	$V = 953.29 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	$Z = 4$
Dichten:	$d_{\text{pyk}} = 2.60 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}, d_{\text{rö}} = 2.59 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$
Durchmesser des verwendeten Kristalls:	$230 \mu\text{m}$
Scan-Bedingungen:	
Reflex:	60 Meßpunkte zu 0.4 sec im Abstand 0.01°
Untergrund:	links und rechts je 12 sec
insgesamt gemessene Reflexe im Bereich $0^\circ \leq \theta \leq 37^\circ$:	5287 davon jeder Reflex bis zu 8x gemessen
Reflexe im unabhängigen, absorptionskorrigierten Satz:	2024
Reflexe im extinktionskorrigierten Datensatz:	1948 mit $F_0 \leq 0.35 F_{\text{max}}$

linearer Massenschwächungs-
koeffizient:

$$\mu = 92.77 \text{ cm}^{-1}$$

$$\mu \cdot r = 1.067$$

Absorptionsfaktoren zwischen 4.512 für $\mathcal{J} = 0^\circ$
und 3.750 für $\mathcal{J} = 45^\circ$

4.2.2. Modellfindung und Strukturverfeinerung

Im PATTERSON-Diagramm treten neben dem Nullpunktsmaximum sehr starke Peaks in den speziellen Positionen

①	0	0	1/2
②	1/2	1/2	1/2
③	1/2	1/2	0

auf, die wegen ihres Gewichts Cd-Cd- Vektoren sind. Da die Maxima ② und ③ auf der HARKER-Ebene $u1/2w$ bzw. der HARKER-Geraden $1/2v1/2$ liegen, sind zur Realisierung von 4 Cd-Atomen in der Elementarzelle nur die beiden folgenden Möglichkeiten gegeben:

- a. Cd1 auf (2a) 0 0 0
Cd2 auf (2c) 0 0 1/2

mit den beiden Cd-Atomen in Inversionszentren oder

- b. Cd auf (4e) 0 0 0.25
auf einer allgemeinen Lage mit drei zufällig speziellen Parametern $x = y = 0$, $z = 1/4$.

Obwohl die Form der Maxima zeigt, daß Koordinatenverrückungen aus den speziellen Positionen heraus, die von der Punktlage (4e) her erlaubt wären, nicht auftreten oder nicht wahrnehmbar sind, wurde mit beiden Modellen a. und b. weitergerechnet.

Weitere PATTERSON-Maxima auf den allgemeinen Lagen

④	0.13	0.22	0.21
⑤	0.87	0.22	0.29
⑥	0.37	0.28	0.29
⑦	0.63	0.28	0.21

mit mittlerem Gewicht werden als Rb-Cd- Vektoren gedeutet.

Mit Hilfe der beiden Cd- Modelle ergeben sich aus den Rb-Cd-Vektoren folgende Koordinaten für die Rubidiumatome:

$$x_{\text{Rb}} = x_{\text{Cd}} \pm 0.13$$

$$y_{\text{Rb}} = y_{\text{Cd}} \pm 0.22$$

$$z_{\text{Rb}} = z_{\text{Cd}} \pm 0.21$$

Dies führt zu 16 Kombinationen aus Rb- und Cd-Koordinaten, die sich in 4 Sorten zu 4 Kombinationen mit identischem Vektorset aufteilen. Ein Vergleich aller berechneten Cd-Cd-, Cd-Rb- und Rb-Rb-Vektoren aus den vier Gruppen mit der PATTERSON-Zelle führt zu dem einzigen möglichen und zugleich sinnvollen Modell:

Cd1	(2a)	0	0	0
Cd2	(2c)	0	0	0.5
Rb	(4e)	0.37	0.28	0.29

Eine least-squares-Verfeinerung dieses Modells konvergierte bei $R = 0.3392$ und legte die Richtigkeit der Atomanordnung nahe. Aus einer anschließend gerechneten Differenzen-FOURIER-Synthese konnten die Lagen der drei Thiocyanatgruppen entnommen werden. Sechs Verfeinerungszyklen mit allen Atomen führten zu einem R-Wert von 0.0839, die Einführung anisotroper Temperaturfaktoren brachte eine Verbesserung auf $R = 0.0438$ und nach dem Aussondern von 76 extinktionsbehafteten Reflexen

konnte mit weiteren drei Zyklen ein abschließender R-Wert von 0.0329 für 1948 unabhängige Reflexe erreicht werden.

Die Standardabweichung lag im letzten Zyklus zwischen 0.05 pm für Rubidium und 0.5 pm für Kohlenstoff und Stickstoff; die Koordinatenverschiebung war kleiner als 10^{-3} der Standardabweichung.

Tabelle 4.1 enthält die endgültigen Ortsparameter bei isotroper und anisotroper Verfeinerung. Tabelle 4.2 gibt die Matrixelemente β_{ij} der anisotropen Temperaturfaktoren an.

Atom	isotrop		anisotrop	
Cd1	x	0.0	0.0	
	y	0.0	0.0	
	z	0.0	0.0	
	B	2.147	24	
Cd2	x	0.0	0.0	
	y	0.0	0.0	
	z	0.5	0.5	
	B	2.329	25	
Rb	x	0.37074	26	0.37074 11
	y	0.27925	12	0.27935 5
	z	0.28702	12	0.28696 5
	B	3.882	36	
S1	x	0.24920	53	0.24997 21
	y	0.17372	24	0.17348 10
	z	0.03031	26	0.03046 12
	B	2.560	49	
S2	x	0.76743	55	0.76682 21
	y	0.34640	25	0.34602 10
	z	0.08451	27	0.08430 13
	B	2.753	52	

Atom		isotrop		anisotrop	
S3	x	0.85224	58	0.85276	27
	y	0.13206	27	0.13211	11
	z	0.34316	27	0.34308	11
	B	2.998	55		
C1	x	0.49527	178	0.49697	75
	y	0.12729	91	0.12827	38
	z	-0.01051	85	-0.01172	43
	B	2.300	160		
C2	x	0.01896	178	0.01862	77
	y	0.40639	78	0.40646	35
	z	0.09389	90	0.09255	42
	B	2.064	148		
C3	x	0.88792	207	0.88870	92
	y	0.05445	96	0.05473	41
	z	0.24142	103	0.24308	42
	B	2.630	174		
N1	x	0.17497	193	0.17167	75
	y	0.40015	83	0.40197	33
	z	0.45981	96	0.45864	42
	B	2.928	173		
N2	x	0.19757	183	0.20084	71
	y	0.44415	89	0.44398	41
	z	0.10010	85	0.09967	37
	B	2.686	158		
N3	x	0.91586	233	0.91309	107
	y	0.00276	88	0.00205	39
	z	0.17169	120	0.17274	46
	B	3.515	219		

Tabelle 4.1

Ortsparameter von $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ mit Standardabweichungen in
Einheiten der letzten Stelle

Atom	β_{11}	β_{12}	β_{13}	β_{22}	β_{23}	β_{33}
Cd1	1628 12	52 4	141 4	357 3	-16 2	338 3
Cd2	1479 12	48 4	79 5	418 3	-4 2	387 4
Rb	3145 20	203 6	42 7	631 4	-112 3	599 4
S1	1796 28	6 10	194 13	330 6	-98 6	572 9
S2	1622 28	-115 11	26 14	362 6	60 7	723 11
S3	3340 46	350 15	15 15	398 7	-11 7	385 8
C1	1691 110	89 42	40 53	316 22	-27 25	587 35
C2	1671 105	-14 42	119 46	353 22	88 23	430 30
C3	2475 136	76 51	123 49	412 27	38 26	362 28
N1	1966 110	-62 42	300 49	373 22	0 23	615 32
N2	1567 96	-80 42	144 44	532 27	45 24	507 29
N3	3541 197	135 62	211 65	631 36	-37 25	371 31

Tabelle 4.2

Anisotrope Temperaturfaktoren von $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ mit Standardabweichungen (alle Werte $\times 10^{-5}$)

4.3. Strukturbestimmung des $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$

4.3.1. Kristall- und Meßdaten

<u>Cäsiumtrithiocyanatocadmat</u>	$\text{CsCd}(\text{SCN})_3$
Formelgewicht:	419.55
Habitus:	Prismen mit Kanten parallel der [010]-Richtung
Raumgruppe:	$P2_1/n - C_{2h}^5$ (Nr. 14)
verfeinerte Gitterkonstanten aus Diffraktometermeßwerten:	$a = 1081.08 \pm 0.25 \text{ pm}$ $b = 722.37 \pm 0.18 \text{ pm}$ $c = 1239.01 \pm 0.28 \text{ pm}$ $\beta = 90.37 \pm 0.05^\circ$
Volumen der Elementarzelle:	$V = 967.57 \times 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	$Z = 4$
Dichten:	$d_{\text{pyk}} = 2.92 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$, $d_{\text{rö}} = 2.88 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$
Durchmesser des verwendeten Kristalls:	$210 \mu\text{m}$
Scan-Bedingungen:	
Reflex:	40 Meßpunkte zu 1.0 sec im Abstand 0.01°
Intergrund:	links und rechts je 20 sec
insgesamt gemessene Reflexe im Bereich $0^\circ \leq \theta \leq 37^\circ$:	9608 davon jeder Reflex bis zu 4x gemessen
unabhängige Reflexe:	5273
für weitere Rechnung benutzter, absorptionskorrigierter Datensatz ohne Reflexe mit $F_0 < 36$:	1374 Reflexe

Reflexe im extinktions-
korrigierten Datensatz: 1301

linearer Massenschwächungs-
koeffizient: $\mu = 64.43 \text{ cm}^{-1}$
 $\mu_r = 1.353$

Absorptionsfaktoren zwischen 6.514 für $\vartheta = 0^\circ$
und 5.058 für $\vartheta = 40^\circ$

4.3.2. Modellfindung und Strukturverfeinerung

Im PATTERSON-Diagramm erschien neben dem Nullpunktsmaximum in der asymmetrischen Einheit der Elementarzelle nur ein sehr starker Peak bei $[0,0,0.5]$. Dieses Maximum war fast 300 pm breit und zeigte bei genauerer Untersuchung seiner Feinstruktur, daß es aus mindestens drei Vektoren ähnlichen Gewichts und nur wenig unterschiedlicher Länge und Richtung zusammengesetzt sein mußte. Eine Modellfindung auf analytischem Wege schien wegen der schlechten Auflösung einer PATTERSON-Synthese nicht erfolgsversprechend, sodaß die Superpositionsmethode mit einem Superpositionsvektor $[0.52, 0, -0.20]$ angewendet wurde, der auf eines der drei starken Maxima zielte.

Nach Resymmetrisierung der superponierten Zelle konnten vier Modelle für die schweren Atome Cs und Cd aufgestellt werden. Da eine Unterscheidung zwischen Cs und Cd wegen der fast gleichen Streuamplituden der beiden Elemente bei diesem Stand der Strukturaufklärung unmöglich war, wurde zunächst für beide Atomsorten gemeinsam ein mittlerer Atomformfaktor eingesetzt.

Alle Modelle wurden mit FOURIER-Synthesen getestet. Nur ein Modell mit den Koordinaten

Atom 1	{	(2b)	0.5	0	0
		(2d)	0.5	0	0.5
Atom 2		(4e)	0	0	0.2

ergab auf Anhieb einen R-Wert unter 0.40. Durch eine Folge von FOURIER-Synthesen konnten nacheinander die Lagen aller Atome bestimmt werden.

Aus Plausibilitätsüberlegungen mußte Atom 1 mit seiner speziellen Lage in Inversionszentren Cadmium sein, da es nur dann eine symmetrische Koordination aus einer geraden Anzahl von Liganden -z.B. in Form eines Oktaeders - erhalten konnte.

Eine Verfeinerung der Koordinaten und isotropen Temperaturfaktoren mit einem reduzierten, aber noch nicht absorptions- und extinktionskorrigierten Datensatz konvergierte bei $R=11.55\%$. Die Vertauschung von Cs und Cd, die zu einer kristallchemisch sehr ungewöhnlichen Struktur mit interessanten Koordinations- und Bindungsverhältnissen geführt hätte, ergab ein - falsches - Modell, das sich bis auf $R = 12.64\%$ verfeinern ließ.

Anisotrope Temperaturfaktoren und Absorptionskorrektur der Reflexintensitäten ließen den R-Wert nach 6 Zyklen auf 0.0609 sinken, das Entfernen von 73 extinktionsbehafteten Reflexen führte zu einem abschließenden konventionellen R-Wert von 4.32% bei 1301 Reflexen im Datensatz.

Die Standardabweichung der Ortsparameter lag nach dem letzten Zyklus zwischen 0.07 pm für Cs und 1.1 pm für N; die Koordinatenverschiebung war noch um einen Faktor $3 \cdot 10^{-3}$ kleiner.

Tabelle 4.3 enthält die Koordinaten bei isotroper Verfeinerung ohne Berücksichtigung der Absorption und die endgültigen Parameter nach Abschluß der Rechnung. In Tabelle 4.4 sind die anisotropen Temperaturfaktoren aufgeführt.

Atom		isotrop		anisotrop	
Cd1	x	0.5		0.5	
	y	0.0		0.0	
	z	0.0		0.0	
	B	2.087	39		
Cd2	x	0.5		0.5	
	y	0.0		0.0	
	z	0.5		0.5	
	B	1.577	38		
Cs	x	0.01263	13	0.01223	7
	y	0.01729	25	0.01761	10
	z	0.20411	12	0.20552	7
	B	2.803	29		
S1	x	0.3311	7	0.33103	25
	y	0.1373	11	0.13826	41
	z	0.1443	6	0.14422	23
	B	2.389	113		
S2	x	0.3413	7	0.34062	24
	y	0.1148	11	0.11591	39
	z	0.8351	6	0.83523	22
	B	2.256	111		
S3	x	0.1083	7	0.10870	27
	y	0.1684	11	0.16878	39
	z	0.4996	6	0.49826	35
	B	2.918	115		

Atom		isotrop		anisotrop	
C1	x	0.3910	24	0.39187	83
	y	0.0339	43	0.03660	133
	z	0.2529	22	0.25037	73
	B	2.521	414		
C2	x	0.2305	26	0.23123	95
	y	0.2278	43	0.22583	137
	z	0.8995	23	0.90149	78
	B	2.194	434		
C3	x	0.2548	28	0.25564	100
	y	0.2247	41	0.22583	124
	z	0.5057	25	0.50824	96
	B	3.040	449		
N1	x	0.0656	25	0.06878	98
	y	0.4258	40	0.46324	143
	z	0.1676	22	0.17313	82
	B	5.857	438		
N2	x	0.1518	23	0.15058	89
	y	0.3020	38	0.29731	142
	z	0.9398	21	0.94309	85
	B	3.254	395		
N3	x	0.3616	23	0.36076	88
	y	0.2569	39	0.25907	138
	z	0.5082	21	0.51363	88
	B	2.791	394		

Tabelle 4.3

Ortsparameter von $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ mit Standardabweichungen in
Einheiten der letzten Stelle

Atom	β_{11}	β_{12}	β_{13}	β_{22}	β_{23}	β_{33}
Cd1	475 6	-39 11	21 5	1426 18	-1 10	427 6
Cd2	406 5	-10 10	-13 4	1135 15	54 9	367 5
Cs	801 6	15 8	-175 4	1487 13	-75 7	762 6
S1	579 20	276 27	-30 14	1948 55	71 24	432 16
S2	508 18	204 25	23 13	1723 49	-22 22	432 15
S3	518 21	26 26	-143 20	1285 46	-74 30	1171 33
C1	480 63	63 83	19 43	1648 188	-107 75	333 45
C2	650 86	131 92	-65 57	1245 155	10 82	433 65
C3	627 85	190 98	2 64	1105 167	-117 92	647 79
N1	820 87	-105 106	-44 57	2096 218	-55 90	471 57
N2	606 76	144 102	-48 57	1953 210	-272 99	607 70
N3	549 75	99 86	-63 58	1627 177	-159 93	677 75

Tabelle 4.4

Anisotrope Temperaturfaktoren von $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ mit Standardabweichungen (alle Werte $\times 10^{-5}$)

4.4. Strukturbestimmung des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$

4.4.1. Kristall- und Meßdaten

Rubidiumtrithiocyanatomercurat $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$

Formelgewicht:	460.31
Habitus:	lange, durchsichtige, sehr dünne Nadeln parallel der [010]-Richtung
Raumgruppe:	$P2_1/m - C_{2h}^2$ (Nr. 11)
verfeinerte Gitterkonstanten aus Diffraktometermeßwerten:	$a = 1140.67 \pm 0.50 \text{ pm}$ $b = 416.70 \pm 0.08 \text{ pm}$ $c = 1110.26 \pm 0.36 \text{ pm}$ $\beta = 115.20 \pm 0.02^\circ$
Volumen der Elementarzelle:	$V = 477.51 \times 10^6 \text{ pm}^3$
Zahl der Formeleinheiten:	$Z = 2$
Dichten:	$d_{\text{pyk}} = 3.17 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$, $d_{\text{rö}} = 3.20 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$
verwendeter Kristall:	Rotationsellipsoid mit Rotations- achse parallel zur [010]-Richtung
Abmessungen:	$250 \mu\text{m} \parallel [010]$ $175 \mu\text{m} \perp [010]$
Scan-Bedingungen:	
Reflex:	60 Meßpunkte zu 1.0 sec im Abstand 0.01°
Untergrund:	links und rechts je 15 sec
insgesamt gemessene Reflexe im Bereich $0^\circ \leq \theta \leq 35^\circ$:	7997 davon jeder Reflex bis zu 8x ge- messen
Reflexe im unabhängigen, absorptionskorrigierten Satz:	1149

Reflexe im extinktions-
korrigierten Datensatz:

$$1056 \quad \text{mit } F_0 \leq 0.35 F_{\max}$$

mittlerer Radius des Kristalls: $r = \sqrt[3]{175^2 \cdot 250} = 193 \mu\text{m}$

linearer Massenschwächungs-

koeffizient:

$$\mu = 223.93 \text{ cm}^{-1} \quad \mu \cdot r = 2.164$$

Absorptionsfaktoren zwischen 16.78 für $\mathcal{J} = 0^\circ$

und 8.83 für $\mathcal{J} = 45^\circ$

4.4.2. Modellfindung und Strukturverfeinerung

IR-Spektren und Pulveraufnahmen deuten darauf hin, daß $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ isotyp mit $\text{NH}_4\text{Hg}(\text{SCN})_3$ und $\text{KHg}(\text{SCN})_3$ ist, deren Strukturen schon von ZHDANOV und SANADZE⁶²⁾ aus zweidimensionalen Daten ermittelt worden waren. Da Strukturen aus der Anfangszeit der Röntgenstrukturanalyse wegen mangelnder Rechenmöglichkeiten mit Computern und wegen ungenügender meßtechnischer Einrichtungen mit gewissen Unsicherheiten behaftet sind und mehrfach zu heute widerlegten Ergebnissen führten, sollten mit einer dreidimensionalen Analyse des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ gleichzeitig die Angaben für die Kalium- und die Ammoniumverbindung überprüft werden.

Eine least-squares-Rechnung für Intensitäten des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ divergierte mit Koordinaten, die der Struktur des $\text{KHg}(\text{SCN})_3$ entnommen waren. Der Grund dafür dürfte sein, daß die Koordinaten der schweren Atome, die einen großen Einfluß auf den Strukturfaktor haben, noch zu ungenau sind. Bei gleichzeitiger

Variation aller Parameter werden die Koordinaten und Temperaturfaktoren mit weniger Gewicht für den Strukturfaktor oft völlig unsinnig verschoben, d.h. die Rechnung divergiert. Deshalb wurden in mehreren Schritten erst die Lage des Quecksilbers, dann die des Rubidiums und zum Schluß die der Schwefelatome festgelegt und variiert. So konnte nach 10 Zyklen ein R-Wert von 23.66% erreicht werden, wobei die ungewöhnlich große Standardabweichung und ein hoher B-Wert eines der drei Schwefelatome aus dem Rahmen fielen und Fehler bei den verfeinerten Parametern signalisierten. Weitere least-squares-Zyklen, FOURIER- und Differenzen-FOURIER-Synthesen brachten keine Besserung und konnten keinen Aufschluß über die Lagen der restlichen Atome geben. Allerdings wiesen starke Maxima und Minima rund um das Hg-Atom, das allein 40% der Streukraft aller in der Elementarzelle enthaltenen Atome besitzt, auf beträchtliche Anisotropieeffekte hin. Eine anisotrope Verfeinerung der Schweratome Hg und Rb und zweier der drei Schwefelatome konvergierte bei 0.1824, eine mit den neuen Parametern gerechnete Differenzen-FOURIER-Synthese zeigte deutlich die restlichen 7 Atome. Weitere Zyklen mit allen Atomen, anisotropen Temperaturfaktoren und vollständigem Datensatz endeten bei $R = 0.0735$. Das Aussondern von 93 extinktionsbehafteten Reflexen brachte eine weitere Verbesserung bis auf einen abschließenden, konventionellen R-Wert von 6.20% bei 1056 Reflexen.

Die Standardabweichung lag zwischen 0.07 pm für Hg und 2.5 pm für N; die Parameterverschiebung im letzten Zyklus war

noch um einen Faktor $3 \cdot 10^{-3}$ besser.

Tabelle 4.5 gibt die Koordinaten der Atome von $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ mit Standardabweichungen an und stellt als Vergleich die veröffentlichten Werte ⁶²⁾ von $\text{KHg}(\text{SCN})_3$ und $\text{NH}_4\text{Hg}(\text{SCN})_3$ gegenüber. Da keine beachtlichen Diskrepanzen auftreten, ist damit auch die Richtigkeit der älteren Strukturbestimmung bewiesen. Tabelle 4.6 enthält die anisotropen Temperaturfaktoren aus dem letzten Zyklus.

Atom		$\text{RbHg}(\text{SCN})_3$		$\text{KHg}(\text{SCN})_3$	$\text{NH}_4\text{Hg}(\text{SCN})_3$
Hg	x	0.14511	6	0.146	0.147
	y	0.25		0.25	0.25
	z	0.72212	7	0.727	0.723
Rb, K, NH_4	x	0.40441	18	0.400	0.415
	y	0.25		0.25	0.25
	z	0.27922	18	0.278	0.273
S1	x	0.12047	42	0.120	0.122
	y	0.25		0.25	0.25
	z	0.49205	43	0.512	0.509
S2	x	0.67756	38	0.667	0.669
	y	0.25		0.25	0.25
	z	0.19894	42	0.187	0.193
S3	x	0.06713	56	0.063	0.071
	y	0.25		0.25	0.25
	z	0.89165	59	0.901	0.904
C1	x	0.27491	185	0.282	0.280
	y	0.25		0.25	0.25
	z	0.52726	149	0.549	0.552

Atom		$\text{RbHg}(\text{SCN})_3$	$\text{KHg}(\text{SCN})_3$	$\text{NH}_4\text{Hg}(\text{SCN})_3$
C2	x	0.63829 164	0.646	0.643
	y	0.25	0.25	0.25
	z	0.03227 190	0.028	0.033
C3	x	0.91020 177	0.911	0.917
	y	0.25	0.25	0.25
	z	0.79855 223	0.791	0.812
N1	x	0.38674 176	0.398	0.393
	y	0.25	0.25	0.25
	z	0.55162 180	0.567	0.566
N2	x	0.61328 239	0.610	0.611
	y	0.25	0.25	0.25
	z	0.92573 165	0.914	0.924
N3	x	0.80044 233	0.795	0.805
	y	0.25	0.25	0.25
	z	0.74506 232	0.731	0.729

Tabelle 4.5

Ortsparameter von $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ mit Standardabweichungen in Einheiten der letzten Stelle und Vergleichswerte für $\text{KHg}(\text{SCN})_3$ und $\text{NH}_4\text{Hg}(\text{SCN})_3$

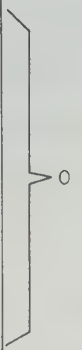
Atom	β_{11}	β_{12}	β_{13}	β_{22}	β_{23}	β_{33}
Hg	677 8		412 7	7751 77		653 10
Rb	809 16		421 14	5756 123		752 18
S1	535 32		115 29	7412 349		472 37
S2	561 31		272 30	5512 278		553 37
S3	717 45		399 40	20870 1048		662 49
C1	927 170		398 119	7442 1342		224 108
C2	672 129		574 134	4888 1003		865 180
C3	673 151		504 147	6281 1284		947 197
N1	790 144		441 129	10441 1653		661 150
N2	1553 259		317 163	7259 1321		400 144
N3	1112 232		713 182	10094 1742		1046 210

Tabelle 4.6

Anisotrope Temperaturfaktoren von $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ mit Standardabweichungen (alle Werte $\times 10^{-5}$)

4.5. Strukturbestimmung des $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$

4.5.1. Kristall- und Meßdaten

Cäsiumtrithiocyanatomercurat

$\text{CsHg}(\text{SCN})_3$

Formelgewicht:

507.74

Habitus:

langgestreckte, klare Prismen
mit Vorzugsrichtung [010]

Raumgruppe:

$P2_1/c - C_{2h}^5$ (Nr. 14)

verfeinerte Gitterkonstanten
aus Diffraktometermeßwerten:

$a = 954.31 \pm 0.22 \text{ pm}$
 $b = 1089.86 \pm 0.20 \text{ pm}$
 $c = 1996.49 \pm 0.35 \text{ pm}$
 $\beta = 108.39 \pm 0.04^\circ$

Volumen der Elementarzelle:

$1970.43 \times 10^6 \text{ pm}^3$

Zahl der Formeleinheiten:

$Z = 8$

Dichten:

$d_{\text{pyk}} = 3.38 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$, $d_{\text{rö}} = 3.42 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

Durchmesser des verwendeten

Kristalls:

$190 \mu\text{m}$

Scan-Bedingungen:

Reflex:

50 Meßpunkte zu 0.5 sec im
Abstand 0.01°

Untergrund:

links und rechts je 12.5 sec

insgesamt gemessene Reflexe
im Bereich $0^\circ \leq \theta \leq 35^\circ$:

8326
davon jeder Reflex bis zu 6x ge-
messen

Reflexe im unabhängigen,
absorptionskorrigierten Satz: 2739

Reflexe im extinktions-

korrigierten Datensatz:

2692 mit $F_0 \leq 0.35 F_{\text{max}}$

linearer Massenschwächungs-
koeffizient:

$$\mu = 201.85 \text{ cm}^{-1}$$

$$\mu \cdot r = 1.918$$

Absorptionsfaktoren zwischen 12.77 für $\vartheta = 0^\circ$
und 7.537 für $\vartheta = 45^\circ$

4.5.2. Modellfindung und Strukturverfeinerung

Das PATTERSON-Diagramm zeigte neben dem Nullpunktsmaximum starke Peaks nur in den Schnitten $y = 0$ und $y = 1/2$. Dies ließ sofort auf eine 2-Schichten-Anordnung der Schweratome mit einem Schichtenabstand von $1/2$ in b -Richtung schließen. Bei 8 Formeleinheiten in der Elementarzelle erzeugen die 16 schweren Atome (8Cs und 8Hg) allein $n \cdot (n-1) = 240$ R_{ij} -Vektoren, die sich auf den HARKER-Ebenen $u0w$ bzw. $u1/2w$ und auf den HARKER-Geraden häufen. Eine Überprüfung zeigte, daß die PATTERSON-Maxima durch Addition sehr vieler ähnlicher Vektoren breit verschmiert waren und komplizierte Feinstruktur aufwiesen. Eine Modellfindung aus der PATTERSON-Zelle auf analytischem Wege war also undurchführbar.

Mit Hilfe der Superpositionsmethode konnte nach Resymmetrisierung der superponierten Zelle folgendes Modell entwickelt werden:

Atom 1	0.98	0.25	0.09	Atom 3	0.93	0.25	0.35
Atom 2	0.42	0.25	0.14	Atom 4	0.44	0.25	0.46

In einer mit diesen Koordinaten gerechneten FOURIER-Synthese traten die Atome 1 und 2 stärker als die beiden anderen hervor, wodurch eine Unterscheidung zwischen Hg und Cs möglich wurde. Eine direkte Verfeinerung der Koordinaten gelang nicht, da bei einer Verrückung der Atome willkürlich in positive oder negative b-Richtung aus den speziellen Lagen $y = 1/4$ heraus die Vorzeichen der Streuamplituden vieler Reflexe umgedreht werden und durch least-squares-Verfahren nicht mehr geändert werden können, sodaß bei einer Verschiebung in die falsche Richtung die Rechnung divergieren muß. Aus den 16 verschiedenen Möglichkeiten

$$y_1, y_2, y_3, y_4 \gtrsim 1/4$$

konnte durch Probieren der verschiedenen Ausgangsparameter

$$y_n = 1/4 \pm \Delta$$

jeweils mit Hilfe von least-squares-Zyklen das richtige Modell gefunden werden, das bei $R = 23.11\%$ konvergierte. Differenzen-FOURIER-Synthesen zeigten nach mehreren Fehlversuchen die Lagen aller 6 Schwefelatome, mit denen der R-Wert auf 0.1482 sank. Durch weitere Differenzen-FOURIER-Synthesen und Verfeinerungen konnten schließlich alle Ortsparameter der 22 Atome in der asymmetrischen Einheit bestimmt werden. Mit isotropen Temperaturfaktoren konnte $R = 0.0987$ erreicht werden.

Eine vollständige Verfeinerung mit anisotropen Temperaturfaktoren war aus rechentechnischen Gründen ausgeschlossen. Da jedes Atom auf einer allgemeinen Lage 9 Parameter (3 Ortskoordinaten und 6 Temperaturkoeffizienten) beansprucht, ergaben sich zusammen mit dem Skalierungsfaktor 199 Variable

für die 22 Atome, die im full-matrix-Verfahren eine Matrix aus $\frac{n \cdot (n+1)}{2} + n+1 = 20100$ Elementen aufbauen würden. Der Kernspeicher der hiesigen Rechenanlage faßt ungeteilt maximal 2^{14} , d.h. 16384 Elemente, sodaß eine gleichzeitige Verfeinerung aller Parameter ausschied.

Bei den Rechnungen mußte deshalb immer ein Teil der Variablen konstant gehalten werden, was das Konvergenzverhalten sehr nachteilig beeinflusste und nur durch ein Vielfaches der Zyklenzahl ausgeglichen werden konnte. Zudem wuchs die Rechenzeit exponentiell mit der Zahl der Variablen. Ein Zyklus mit 175 Parametern und 15576 Matrixelementen - entsprechend 19 Atomen - dauerte mit 2692 Reflexen fast 90 Minuten. Damit standen die Kosten für Rechenzeit und die Wartezeit, bis Rechnungen dieser Größenordnung vom Rechenzentrum bearbeitet werden konnten, in keinem vernünftigen Verhältnis mehr zu geringfügigen Koordinatenverschiebungen.

Eine schrittweise Verfeinerung zuerst der schweren Atome, dann einzelner Baugruppen der Elementarzelle mit anisotropen Temperaturfaktoren führte nach 5 Iterationszyklen (über 6 Stunden Rechenzeit !) zu einem R-Wert von 5.63%. Bei diesem Stand wurden die Arbeiten abgebrochen.

Die Standardabweichungen lagen dabei zwischen 0.08 pm für Hg und 2.2 pm für N, die Koordinatenverschiebungen waren im Durchschnitt um einen Faktor 10 besser.

Tabelle 4.7 gibt die Koordinaten mit Standardabweichungen nach Abschluß der isotropen und anisotropen Rechnung wieder; Tabelle 4.8 enthält die anisotropen Temperaturfaktoren.

Atom		isotrop		anisotrop	
Hg1	x	0.97845	15	0.97842	8
	y	0.23458	13	0.23488	8
	z	0.09015	7	0.08995	4
	B	3.302	32		
Hg2	x	0.41529	15	0.41552	8
	y	0.26929	13	0.26933	8
	z	0.13343	7	0.13363	4
	B	3.237	32		
Cs1	x	0.47113	24	0.47081	13
	y	0.21983	20	0.22029	13
	z	0.42692	12	0.42683	7
	B	3.189	42		
Cs2	x	0.91508	27	0.91546	15
	y	0.25921	23	0.25923	13
	z	0.33007	13	0.33038	7
	B	3.634	45		
S1	x	0.18717	87	0.18714	47
	y	0.09278	78	0.09260	46
	z	0.15954	41	0.16015	24
	B	2.74	13		
S2	x	0.20181	76	0.20215	46
	y	0.34639	68	0.34601	40
	z	0.02730	38	0.02781	25
	B	2.26	11		
S3	x	0.52329	89	0.52309	49
	y	0.08889	76	0.08916	43
	z	0.09197	41	0.09185	23
	B	2.75	13		
S4	x	0.50005	112	0.49893	69
	y	0.37107	96	0.37244	51
	z	0.24656	54	0.24705	28
	B	3.76	16		

Fortsetzung von Seite 64:

Atom		isotrop		anisotrop	
S5	x	0.82355	87	0.82307	50
	y	0.37557	78	0.37547	46
	z	0.48716	43	0.48575	23
	B	2.78	13		
S6	x	0.93602	104	0.93535	56
	y	0.41798	91	0.41777	52
	z	0.15114	49	0.15156	29
	B	3.49	15		
C1	x	0.1978	36	0.1967	18
	y	0.1467	33	0.1465	21
	z	0.2342	17	0.2383	8
	B	3.13	55		
C2	x	0.1913	30	0.1928	17
	y	0.4976	27	0.4978	13
	z	0.0474	14	0.0464	8
	B	2.11	41		
C3	x	0.6926	35	0.6944	19
	y	0.1038	31	0.1087	18
	z	0.1478	16	0.1465	9
	B	2.92	51		
C4	x	0.5557	37	0.5544	20
	y	0.0206	32	0.0171	17
	z	0.2820	17	0.2805	10
	B	3.11	56		
C5	x	0.1850	33	0.1866	20
	y	0.4898	28	0.4876	14
	z	0.4779	15	0.4765	9
	B	2.43	44		
C6	x	0.7515	44	0.7518	25
	y	0.4344	38	0.4238	20
	z	0.1101	20	0.1116	10
	B	3.93	67		

Fortsetzung von Seite 65:

Atom		isotrop		anisotrop	
N1	x	0.1941	43	0.1999	21
	y	0.1884	37	0.1855	24
	z	0.2912	20	0.2936	8
	B	4.92	70		
N2	x	0.8267	29	0.8242	20
	y	0.0935	26	0.0954	17
	z	0.4477	14	0.4477	9
	B	2.84	45		
N3	x	0.8188	39	0.8185	19
	y	0.1191	35	0.1136	20
	z	0.1835	19	0.1835	10
	B	4.51	65		
N4	x	0.5831	41	0.5843	22
	y	0.1191	36	0.1140	23
	z	0.2978	18	0.2957	10
	B	4.57	67		
N5	x	0.1993	38	0.1994	22
	y	0.3926	31	0.3943	16
	z	0.4518	17	0.4507	12
	B	4.16	60		
N6	x	0.6170	43	0.6207	22
	y	0.4170	35	0.4227	24
	z	0.0877	19	0.0877	11
	B	4.80	70		

Tabelle 4.7

Ortsparameter von $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ mit Standardabweichungen in
Einheiten der letzten Stelle

Atom	β_{11}		β_{12}		β_{13}		β_{22}		β_{23}		β_{33}	
Hg1	900	9	61	6	58	3	743	7	-89	3	261	2
Hg2	948	9	72	6	173	4	732	7	-86	3	266	2
Cs1	856	13	-121	10	135	5	967	13	-92	5	226	3
Cs2	1130	15	-19	11	223	6	908	13	-74	5	250	4
S1	725	48	117	38	128	20	709	42	8	18	215	12
S2	717	45	85	31	149	20	483	35	-3	16	237	13
S3	806	48	82	34	96	20	586	38	-84	17	214	12
S4	1532	75	-59	47	92	24	693	48	-5	20	199	13
S5	898	51	79	36	86	19	683	41	11	17	160	11
S6	933	58	-47	40	133	24	778	48	-103	22	283	15
O1	799	188	318	160	27	65	1226	220	3	71	108	36
O2	905	184	-91	102	44	66	232	113	22	52	170	38
O3	851	213	153	147	135	82	720	169	85	76	217	49
O4	872	225	-79	146	7	81	618	177	112	74	221	49
O5	884	201	20	119	139	77	350	128	10	62	226	46
O6	1365	298	-32	190	261	103	799	203	-43	80	222	51
N1	1311	230	-196	220	40	75	2007	287	-142	90	152	39
N2	1417	240	-48	152	36	86	666	180	-59	74	262	51
N3	992	206	184	162	25	81	1182	206	-226	85	279	50
N4	1245	262	-205	200	212	107	1335	252	169	102	334	68
N5	1372	255	-302	160	343	118	594	159	-92	96	522	80
N6	1030	237	108	190	230	107	1702	266	61	113	356	71

Tabelle 4.8

Anisotrope Temperaturfaktoren von $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ mit Standardabweichungen (alle Werte $\times 10^{-5}$)

4.6. Strukturuntersuchungen am $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Precession- und de Jong- Aufnahmen mehrerer Kristalle mit Drehung um verschiedene kristallographische Achsen bewiesen zweifelsfrei ein innenzentriertes kubisches Gitter mit der LAUE-Symmetrie $m\bar{3}m$. Zusätzliche Auslöschungsbedingungen traten nicht auf, sodaß die folgenden 3 röntgenographisch nicht unterscheidbaren Raumgruppen möglich waren:

$$I \ m\bar{3}m - O_h^9 \quad (\text{Nr. 229})$$

$$I \ 4\bar{3}m - T_d^3 \quad (\text{Nr. 217})$$

$$I \ 432 - O^5 \quad (\text{Nr. 211})$$

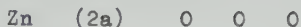
Mit nur 2 Formeleinheiten in der Elementarzelle mußten 4 Cs, 2 Zn, 8 möglichst lineare SCN-Gruppen und 2 gewinkelte H_2O -Moleküle auf die vorhandenen Punktlagen verteilt werden. Mit keiner der aufgezählten Raumgruppen ließ sich diese Forderung bei regelmäßiger Anordnung realisieren.

Es mußte deshalb angenommen werden, daß

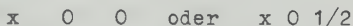
- a. die Wassermoleküle frei drehbar sind, d.h. keine diskreten Positionen für das H-Atom angenommen werden können und das Molekül in seinem Schwerpunkt wie ein punktförmiges Atom mit der gleichen Zahl von Elektronen wirkt und
- b. Punktlagen entweder nicht vollständig oder mit mehreren verschiedenen Atomen bzw. Baugruppen besetzt sind, wobei die Verteilung der Lücken oder der verschiedenen Atome nicht geordnet sein darf, sondern völlig willkürlich - statistisch - erfolgen muß.

Das Zink als Zentralatom nimmt die einzige 2-zählige Lage

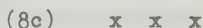
im Ursprung der Zelle ein:



Zink bevorzugt eine tetraedrische Umgebung. Seltener und unwahrscheinlicher ist die Koordination in Form eines Oktaeders. Die 8 Thiocyanatgruppen koordinieren das Zn und müssen auf einer mindestens 8-zähligen Lage sitzen. Die Besetzung einer 12-zähligen Lage



mit 8 SCN und 2 H₂O-Molekülen brächte einen wenig sinnvollen Koordinationsoktaeder aus 4 SCN, 1 H₂O und einer Leerstelle zustande. Damit bleibt als einzige Möglichkeit, die 8 Thiocyanatgruppen auf eine 8-zählige Lage



zu legen. Damit scheiden die Raumgruppen I m3m und I 432 mit parameterfreien, singulären 8-zähligen Punktlagen aus, die nicht mit Atomgruppierungen besetzt werden können und es bleibt als einzige Raumgruppe I 43m für Cs₂Zn(NCS)₄·H₂O übrig.

Mit der Festlegung von Zn und SCN erhält man ein vernünftiges Modell aus isolierten, regulären Zn(NCS)₄-Tetraedern. Die Lage der Thiocyanatgruppen auf den Raumdiagonalen bewirkt zudem eine völlig lineare Zn-N-C-S- Anordnung.

Als Positionen der fehlenden 4 Cs-Atome und der 2 H₂O-Moleküle kommen nur

- a. eine weitere 8-zählige Lage $(8c) \quad x \quad x \quad x \quad \text{oder}$
- b. eine 6-zählige Lage $(6b) \quad 0 \quad 1/2 \quad 1/2$

in Frage. Im Fall a. würde dann auf der Raumdiagonalen eine lineare Atomfolge Zn-N-C-S-Cs-Zn auftreten, die aus chemischen

und aus Platzgründen (Abstand Zn-Zn = $a \cdot \frac{\sqrt{3}}{2} = 840 \text{ pm}$) ausgeschlossen werden kann. Gegen eine statistische Verteilung von 4 Cs und 2 H₂O auf der 6-zähligen Lage ist aus chemischen und räumlichen Gründen nichts einzuwenden.

Mit den Annahmen

- a. einer Zn-N-Koordinierung,
- b. eines Zn-N-Abstandes in der üblichen Größe von 210pm ⁸⁶⁾,
- c. normaler Abstände in der Thiocyanatgruppe mit C-N = 115pm und C-S = 165pm

erhält man das folgende vollständige Modell:

2 Zn	auf (2a)	0	0	0	
8 N	auf (8c)	0.105	0.105	0.105	
8 C	auf (8c)	0.185	0.185	0.185	
8 S	auf (8c)	0.285	0.285	0.285	
4 Cs	auf (6b)	0	0.5	0.5	} statistische Besetzung
2 H ₂ O	auf (6b)	0	0.5	0.5	

Bild 4.1 zeigt eine Projektion der Elementarzelle von Cs₂Zn(NCS)₄·H₂O auf die Grundfläche.

Zur Kontrolle wurden die Intensitäten der ersten 32 Reflexe eines Pulverdiagramms berechnet. In Tabelle 4.9 sind die berechneten Intensitäten den aus Einkristallaufnahmen entnommenen gegenübergestellt. Die sehr gute Übereinstimmung beweist die Richtigkeit des Modells. Eine Verfeinerung der drei Variablen x_N , x_C und x_S und damit eine genaue Bestimmung der Abstände Zn-N und innerhalb der SCN-Gruppe hätte Diffraktometermeßdaten und umfangreiche Rechnungen erfordert und

wurde unterlassen, da die Struktur als gelöst gilt und andere Probleme Vorrang hatten.

hkl	$I_{\text{ber.}}$	$I_{\text{gem.}}$	hkl	$I_{\text{ber.}}$	$I_{\text{gem.}}$	hkl	$I_{\text{ber.}}$	$I_{\text{gem.}}$	hkl	$I_{\text{ber.}}$	$I_{\text{gem.}}$
110	1	f.	411	2.2	s.s.	440	22	m.	541	<1	s.s.
200	36	st.	330	<1	s.	530	1.2	f.	622	11	s.
211	2.6	s.	420	17.5	m.	433	<1	s.	631	1	s.s.
220	100	s.s.t.	332	1.3	s.s.	600	13	s.	444	13.7	s.s.
310	1	s.s.	422	33	st.	442	9.9	m.	710	<1	f.
222	22	st.	510	<1	f.	611	1.6	s.s.	550	<1	s.
321	<1	s.	431	1.2	s.s.	532	<1	s.s.	543	<1	s.s.
400	52	st.	521	<1	s.	620	16	s.s.	640	9.3	s.s.

Tabelle 4.9

Vergleich berechneter und gemessener Intensitäten des

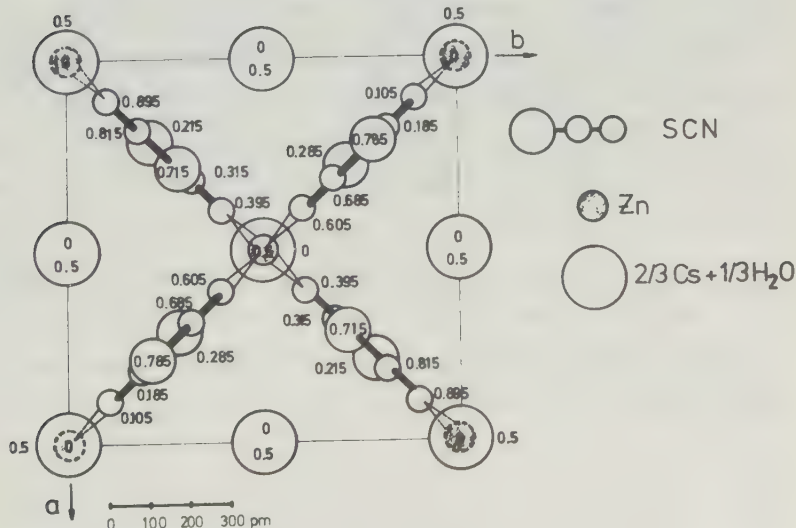
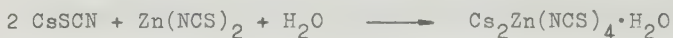


Bild 4.1: Projektion von $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ auf die Grundfläche

Die Struktur des $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ entspricht mit ihrem Aufbau aus isolierten, regulären $\text{Zn}(\text{NCS})_4$ -Tetraedern durchaus den Erwartungen. Eine kubisch-innenzentrierte Packung von Tetraedern scheint aber wenig stabil zu sein, da zwischen den Baugruppen sehr große Hohlräume entstehen. Diese außerordentlich lockere Struktur ist sehr selten und wurde bisher nur im festen SiF_4 gefunden, dessen Gitter um 30% gegenüber der Summe der Ionenvolumina der Fluoridanionen aufgeweitet ist.

Die $\text{Zn}(\text{NCS})_4$ -Tetraeder des $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sind im SiF_4 -Typ angeordnet. Die großen Hohlräume werden nur unzureichend mit statistisch verteilten Cs-Atomen und Wassermolekülen aufgefüllt. Wie beim SiF_4 wird auch bei der Reaktion



eine Vergrößerung des Molvolumens verglichen mit der Summe der Volumina der Ausgangsstoffe um fast 20% beobachtet.

Im Zusammenhang mit der recht geringen Raumerfüllung der Struktur steht, daß sich die kristalline Verbindung beim Stehen an Luft oder bei mechanischer Beanspruchung, z.B. beim Zerreiben, spontan unter Wasserabspaltung in eine Phase niedriger Symmetrie umwandelt. Offenbar werden die Wassermoleküle, die in den Hohlräumen frei drehbar sind, nur durch den äußeren Druck der Mutterlauge im Kristallgitter festgehalten. Entfällt der äußere Zwang, entweicht das Wasser und das lockere Anionengerüst bricht sofort zusammen.

2 S, Cd2 von 2 N und 4 S umgeben. Liganden gleicher Orientierung müssen wegen des Symmetriezentrums trans-ständig zueinander angeordnet sein. Die Oktaeder weichen, abgesehen von den unterschiedlichen Cd-S- und Cd-N-Bindungslängen, nur unwesentlich von der idealen Gestalt ab. Bild 5.2 und Tabelle 5.1 fassen die Daten der CdN_4S_2^- und CdN_2S_4^- -Oktaeder zusammen.

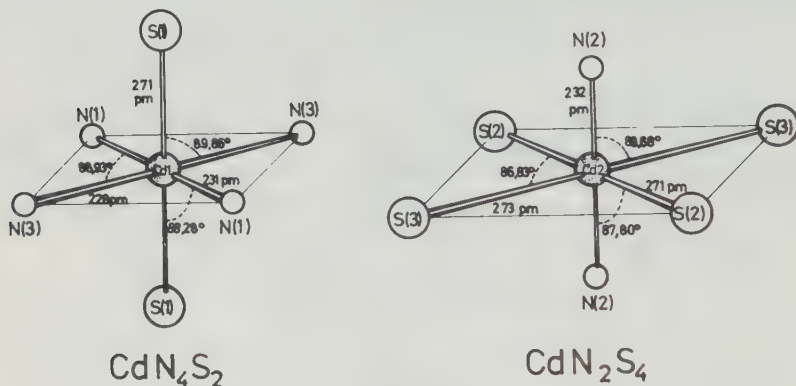


Bild 5.2

CdN_4S_2^- - und CdN_2S_4^- -Oktaeder im $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$

CdN ₄ S ₂ -Oktaeder		CdN ₂ S ₄ -Oktaeder	
Abstände in pm			
Cd1-S1	271.1 ± 0.1	Cd2-S2	271.2 ± 0.1
Cd1-N1	230.7 ± 0.4	Cd2-S3	272.9 ± 0.1
Cd1-N3	228.2 ± 0.6	Cd2-N2	232.0 ± 0.5
Winkel in °			
S1-Cd1-N1	88.28 ± 0.11	S2-Cd2-S3	86.83 ± 0.04
S1-Cd1-N3	89.86 ± 0.14	S2-Cd2-N2	87.80 ± 0.12
N1-Cd1-N3	88.93 ± 0.20	S3-Cd2-N3	89.68 ± 0.13

Tabelle 5.1: Abmessungen der CdN_4S_2^- - und CdN_2S_4^- - Oktaeder

Die 3 unabhängigen Thiocyanatgruppen sind gleichartig als Brücken gebunden, unterscheiden sich voneinander nur sehr wenig und zeigen in fast linearer Anordnung S-C- und C-N-Abstände, wie sie für koordinativ gebundene Thiocyanate üblich sind. (Vergleiche Zusammenstellung in ⁸⁶).

	SCN 1	SCN 2	SCN 3
Abstände:			
d S-C	165.6 $\pm$ 0.5	164.1 $\pm$ 0.5	165.0 $\pm$ 0.6
d C-N	116.2 $\pm$ 0.7	115.0 $\pm$ 0.6	114.7 $\pm$ 0.8
d S-N	281.8 $\pm$ 0.5	279.0 $\pm$ 0.5	279.7 $\pm$ 0.6
Winkel:			
★(S-C-N)	179.0 $\pm$ 0.8	176.0 $\pm$ 0.8	179.2 $\pm$ 1.0
★(Cd-S-C)	95.86 $\pm$ 0.17	97.22 $\pm$ 0.16	96.85 $\pm$ 0.19
★(Cd-N-C)	145.27 $\pm$ 0.62	142.46 $\pm$ 0.58	143.23 $\pm$ 0.72

Tabelle 5.2

Abstände in pm und Winkel in ° der SCN-Gruppen

Überraschenderweise sind die Bindungswinkel an den N-Atomen bei allen 3 SCN-Gruppen mit 142°-146° und an den S-Atomen mit 95°-98° innerhalb enger Toleranzen gleich. Diese Winkel lassen sich beim Stickstoff mit einer Elektronenverteilung, die zwischen einer sp- und einer sp²-Hybridisierung liegt, und für das Schwefelatom mit einer reinen σ -Bindung durch ein sp³-Orbital mit nur noch geringen s-Anteilen erklären. Während Bindungswinkel in der Größe von 95° bei Schwefelverbindungen häufig anzutreffen sind - bei einigen Cu(II)-Verbindungen wurden sogar Winkel am Thiocyanat- S von 90° und weniger ge-

funden ^{81,82)} -, kann der Winkel am N-Atom in Isothiocyanatokomplexen innerhalb weiter Grenzen schwanken.

Die Cadmiumatome gleicher Sorte werden untereinander in Richtung der a-Achse durch zwei identische SCN verknüpft, die aus Symmetriegründen antiparallel angeordnet sind. So entstehen längs der [100]-Richtung trans-kantenverknüpfte Oktaederketten vom $\alpha\text{-NbJ}_4$ -Typ, die über Spitzen durch die dritte SCN-Gruppe mit je zwei anderen Ketten zu einer Oktaederschicht verknüpft sind. Bild 5.3 zeigt die Idealform einer solchen Polyederverknüpfung, die bisher nur in stark verzerrter Form beim $\text{VO}(\text{OH})_2$ ^{83,84)} mit der Stöchiometrie MXX'_2 gefunden wurde. Das Cd-SCN-Gerüst des $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ ist somit unseres Wissens die erste reine MX_3 -Verbindung mit diesem Strukturtyp.

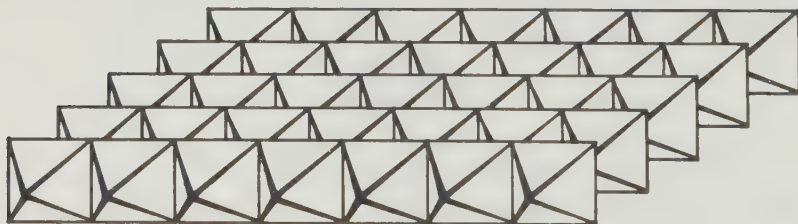


Bild 5.3

Idealform der Oktaederschicht $\infty^2[\text{MX}_{4/2}\text{X}_{2/2}]$

Die Rubidiumatome sind zwischen den leicht gewellten Schichten eingelagert und halten diese nur durch elektrostatische Kräfte zusammen. Allerdings sind die Schichten untereinander in engem van-der-Waals-Kontakt und durch die Wellung gegenseitig verzahnt, sodaß experimentell keine ausgezeichnete

Spaltbarkeit senkrecht zur b-Achse festgestellt werden konnte. Bild 5.4 zeigt eine Projektion auf die a-b-Ebene, in der die abwechselnde Folge von Rb- und $\text{Cd}(\text{SCN})_3$ -Schichten zu erkennen ist.

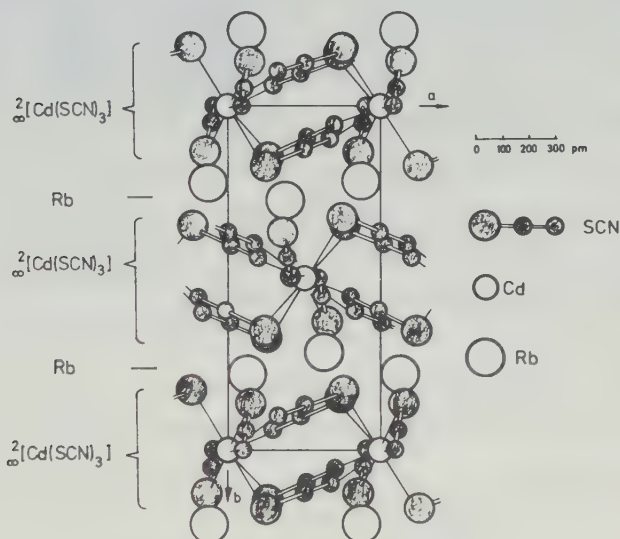


Bild 5.4

Projektion von $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ auf die a-b-Ebene

Vom Gesichtspunkt der dichtesten Anionenpackung her ist eine ideale Anordnung wie in Bild 5.3 nur in einer kubisch-dichtesten Packung möglich. Wie leicht zu sehen ist, muß ein Anion, das in der gemeinsamen Spitze zweier eckenverknüpfter Oktaeder liegt, von zwei mit Cd besetzten Oktaederlücken in linearer Anordnung umgeben sein. Die 6 Oktaederlücken um eine Kugel der hexagonal-dichtesten Packung ABABAB... bilden als Ko-

ordinationspolyeder ein trigonales Prisma, das keine gegenüberliegenden Ecken enthält, während eine Kugel aus einer kubisch-dichtesten Packung ABCABC... in Form eines Oktaeders umgeben ist und somit die gestellte Bedingung erfüllt. Da eine Oktaederschicht nach Bild 5.3 nicht parallel zu einer dichtestgepackten Kugelschicht sein kann, schneidet sie wegen ihrer 2-dimensional-unendlichen Ausdehnung alle Schichten einer dichtesten Packung. Auch jede Stapelung mit beliebiger, wechselnder Schichtenfolge besitzt in einem definierten Bereich einen Ausschnitt der hexagonalen Packung und ist deshalb nicht befähigt, eine ideale Oktaederschicht der gezeigten Form aufzunehmen, wie im folgenden bewiesen wird.

Nimmt man zwei sich berührende Kugeln einer dichtesten Packung als gemeinsame Oktaederkante, so sind Abmessungen und Geometrie der Schicht durch die drei unterscheidbaren Raumrichtungen

- Richtung der Oktaederkette
- Richtung der spitzenverknüpften Oktaeder und
- Richtung senkrecht zur Schichtenebene

eindeutig festgelegt. Es gibt für die Orientierung der Oktaederschicht in einem kubisch-dichtesten Gitter nur eine einzige Möglichkeit, abgesehen von den dazu symmetrieäquivalenten Anordnungen. In Bild 5.4 geben die dunkel gezeichneten Kreise die Spur dieser Schicht an, wobei die Stapelung der Schichten untereinander noch beliebig ist. Man erkennt an den durchgehenden und gestrichelten Linien, daß die Oktaederlücken nur in jeder 3. Ebene senkrecht zur dichtest gepackten Schicht

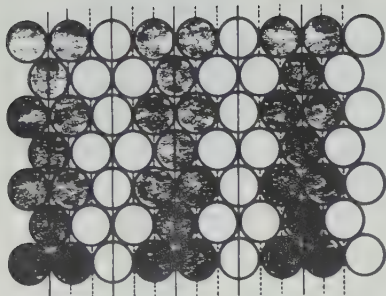


Bild 5.4

Spur der Oktaederschicht in
einer dichtest gepackten Schicht

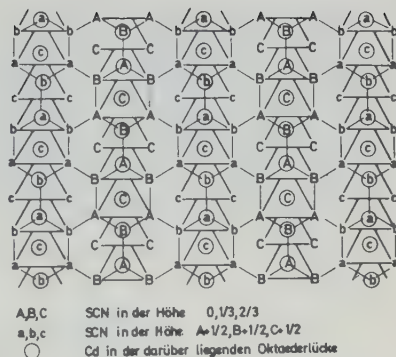


Bild 5.5

Anordnung im $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$

vollständig besetzt sind, in den beiden dazwischenliegenden aber entsprechend der Zusammensetzung MX_3 frei bleiben müssen.

Um eine Korrelation zur Realstruktur des $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ zu schaffen, muß jede zweite, in Bild 5.4 weiß gezeichnete Schicht um eine halbe Identitätsperiode in Richtung der Stapelung der dichtesten Packung verschoben werden. Bild 5.5 zeigt die so erhaltene, immer noch idealisierte Anordnung als Ausschnitt aus einer dichtesten Packung.

Bezeichnet man den Durchmesser einer Kugel mit d , ergeben sich folgende Gitterkonstanten für die dem $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ entsprechende orthorhombische Elementarzelle:

$a =$	d	
$b =$	$3 \cdot d$	
$c =$	$2\sqrt{2} \cdot d$	
$a : b : c$	berechnet	$1 : 3 : 2.83$
	gefunden	$1 : 2.31 : 2.22$

Berücksichtigt man, daß die Gruppen SCN 1 und SCN 2 annähernd parallel a und die Gruppe SCN 3 parallel der c-Achse orientiert sind, so sollte man aus den Gitterkonstanten a und c die Längs- und aus b die mittlere Querausdehnung eines SCN-Ions abschätzen können. Man erhält dann:

$$\begin{aligned} \text{Längsausdehnung } d_{\parallel} &= a = 571 \text{ pm} \\ &= \frac{c}{2\sqrt{2}} = 448 \text{ pm} \\ \text{Querausdehnung } d_{\perp} &= \frac{b}{3} = 439 \text{ pm} \end{aligned}$$

Diese Ergebnisse weichen erheblich von den realistischen Werten für die beiden Hauptachsen (580 pm und 260 pm) des SCN-Moleküls ab, da

1. die M-SCN-M-Anordnung sowohl am Schwefel als auch am Stickstoff gewinkelt ist, die SCN-Gruppe somit aus der Verbindungslinie der Metalle herausgeschoben wird und sich dadurch der M-M-Abstand verkürzen muß und
2. die Metrik der Elementarzelle nicht nur von den dichtest gepackten SCN^- , sondern auch von den Metallkationen Rb^+ und Cd^{2+} beeinflusst wird.

Zusammenfassend kann man die Verbindung mit der strukturell chemisch genaueren Formel $\text{Rb}_{\infty}^2[\text{Cd}(\text{SCN})_{4/2}(\text{SCN})_{2/2}]$ bezeichnen. Sie leitet sich von einer kubisch-dichtesten Packung der SCN-Anionen ab, in der bei Blick entlang einer dichtest gepackten Schicht nur in jeder 3. Ebene die Oktaederlücken vollständig besetzt sind. Dadurch entstehen Oktaederschichten, von denen jede zweite um eine halbe Translationsperiode herausgehoben ist. Zwischen den Schichten sind die Kationen eingelagert.

5.2. CsCd(SCN)₃

Die Struktur des Cäsiumtrithiocyanatocadmats besteht aus einem $\text{Cd}(\text{SCN})_3$ -Raumnetz, in dessen Lücken die Cs-Atome eingelagert sind. Bild 5.6 zeigt die Projektion der Elementarzelle auf die a-c-Ebene.

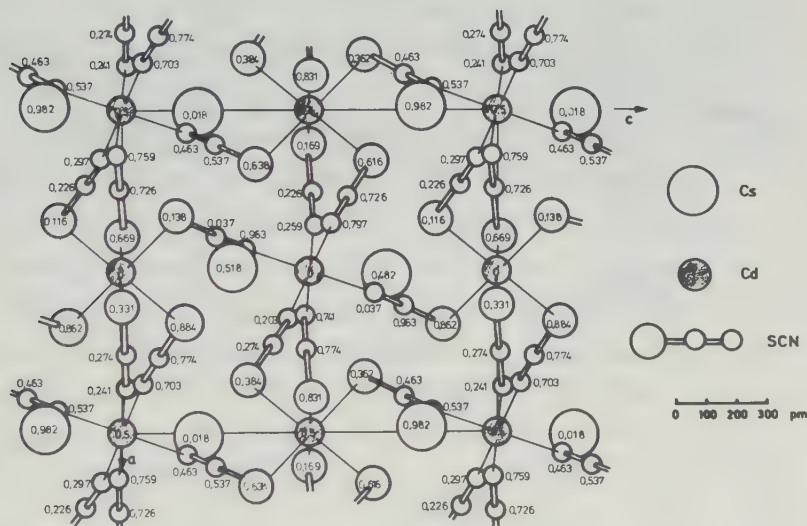


Bild 5.6

Projektion der Elementarzelle von $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ auf die a-c-Ebene

Die Struktur weist sehr viele Ähnlichkeiten mit der des $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ auf:

Sich entsprechende Atome besetzen Punktlagen gleicher Symmetrie und Zähligkeit. Die beiden wegen der Orientierung ihrer Liganden unterschiedlichen Cd-Atome liegen in Inversionszentren und sind von 6 SCN-Gruppen umgeben, die

ebenfalls wieder intermolekulare Brücken bilden. Allerdings wird im $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ Cd1 von 6 S und Cd2 von 6 N koordiniert. Bild 5.7 und Tabelle 5.3 fassen die Daten der CdS_6^- - und CdN_6^- -Oktaeder zusammen.

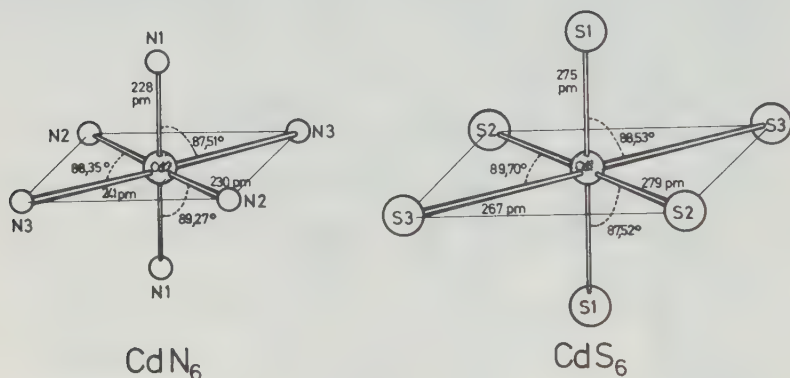


Bild 5.7

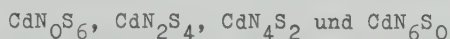
CdS_6^- - und CdN_6^- -Oktaeder im $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$

CdS ₆ -Oktaeder		CdN ₆ -Oktaeder	
Abstände in pm			
Cd1-S1	275.2 $\pm$ 0.3	Cd2-N1	228.1 $\pm$ 1.0
Cd1-S2	279.1 $\pm$ 0.3	Cd2-N2	230.4 $\pm$ 1.0
Cd1-S3	266.6 $\pm$ 0.3	Cd2-N3	240.9 $\pm$ 1.0
Winkel in °			
S1-Cd1-S2	87.52 $\pm$ 0.08	N1-Cd2-N2	89.27 $\pm$ 0.37
S1-Cd1-S3	88.53 $\pm$ 0.10	N1-Cd2-N3	87.51 $\pm$ 0.37
S2-Cd1-S3	89.70 $\pm$ 0.10	N2-Cd2-N3	88.35 $\pm$ 0.34

Tabelle 5.3

Abmessungen der CdS_6^- - und CdN_6^- -Oktaeder

Aus den beiden Strukturen des Rubidium- und Cäsiumtrithiocyanatocadmats sind damit die vier verschiedenen oktaedrisch koordinierten Baugruppen



bekannt. Es ist interessant, daß die theoretisch möglichen Einheiten CdN_1S_5 , CdN_3S_3 und CdN_5S_1 bisher nicht aufgefunden worden sind. Bei diesen Gruppierungen wäre durch die ungerade Anzahl gleichartiger Liganden ein zentrosymmetrischer Aufbau ausgeschlossen.

Die 3 unabhängigen Thiocyanatgruppen sind gleichartig als Brücken gebunden, unterscheiden sich aber voneinander beträchtlich mehr als im $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$, obwohl die Art der Verknüpfung höhersymmetrische Strukturen zuläßt. Wie aus den in Tabelle 5.3 zusammengestellten Abständen zu entnehmen ist, weist SCN 3 eindeutig einen kürzeren M-S- und einen längeren M-N-Abstand auf. Tabelle 5.4 faßt die Daten der SCN-Gruppen zusammen.

	SCN 1	SCN 2	SCN 3
Abstände:			
d S-C	164.0 $\pm$ 1.0	164.9 $\pm$ 1.0	164.5 $\pm$ 1.1
d C-N	116.4 $\pm$ 1.4	114.0 $\pm$ 1.4	116.3 $\pm$ 1.4
d S-N	280.4 $\pm$ 1.1	278.7 $\pm$ 1.0	280.8 $\pm$ 1.0
Winkel:			
$\angle$ (S-C-N)	177.79 $\pm$ 1.4	175.89 $\pm$ 1.4	177.20 $\pm$ 1.5
$\angle$ (Cd-S-C)	97.38 $\pm$ 0.32	102.82 $\pm$ 0.37	101.55 $\pm$ 0.34
$\angle$ (Cd-N-C)	145.87 $\pm$ 1.33	166.15 $\pm$ 1.3	116.53 $\pm$ 0.65

Tabelle 5.4: Abstände in pm und Winkel in $^\circ$ der SCN-Gruppen

Aus der Literatur sind uns bisher die zweifelhafte Strukturbestimmung am $K_2Cd(SCN)_4 \cdot 2 H_2O$ und nur je eine Strukturaufklärung mit Cd-SCN-Cd-Brücken und mit endständiger Cd-NCS-Gruppierung bekannt. In Tabelle 5.5 sind in Spalte A die interessierenden Werte für $Cd[SC(NHCH_2)_2]_2(SCN)_2$ ⁸⁵⁾ mit Brücken-SCN und in B die des $Cd(N_2H_4)_2(NCS)_2$ ⁸⁶⁾ mit Isothiocyanatliganden aufgeführt:

	A	B
d S-C	155 ± 5	165.5 ± 1.2
d C-N	119 ± 10	112.8 ± 1.4
d Cd-S	273 ± 2	
d Cd-N	253 ± 13	
★ (S-C-N)	165 ± 9	170.7 ± 1.6
★ (Cd-S-C)	109.1 ± 4.4	
★ (Cd-N-C)	143 ± 12	161.2 ± 0.9

Tabelle 5.5

Vergleichswerte von $Cd[SC(NHCH_2)_2]_2(SCN)_2$ und $Cd(N_2H_4)_2(NCS)_2$
(Abstände in pm, Winkel in°)

- Aus diesen und den vorher genannten Werten lassen sich die folgenden, allerdings noch durch zuwenig Tatsachenmaterial gesicherten Schlußfolgerungen für den Zusammenhang zwischen Koordinationsart und Bindungswinkel bei Cd-Verbindungen ziehen:
1. Der Bindungswinkel am S-Atom liegt für Brücken- und Thiocyanat-Bindung einheitlich zwischen 95° und 110° und kann nicht zur Unterscheidung herangezogen werden.
 2. Der Bindungswinkel am N-Atom liegt für echte SCN-Brücken

bei 145° . Für Isothiocyanat-Bindung tritt eine Aufweitung bis in die Gegend von 165° auf, während dieser Winkel für überwiegende M-S-Bindung irrelevant ist und beliebige, auch recht kleine Werte annehmen kann.

Mit dieser Hypothese lassen sich die Brücken-SCN-Gruppen des $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ als überwiegend brückenartig (SCN1), graduell N-endständig (SCN2) und graduell S-endständig (SCN3) charakterisieren, was im Einklang mit den Schwingungsspektren steht, aus denen man schon früher auf unterschiedliche Liganden geschlossen hat.

$\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ kristallisiert in einer monoklin verzernten Variante des Perowskit-Typs, dessen unverzerrtes kubisches Gitter auch beim CsCdCl_3 gefunden wurde, zu dem direkte Analogiebeziehungen hergestellt werden können. Die Perowskitstruktur ABX_3 (Bild 5.8) kann als eine zu $3/4$ besetzte kubisch-dichteste Packung der X-Anionen beschrieben werden, deren Oktaederlücken vollständig mit den Atomen B besetzt sind. Das Ka-

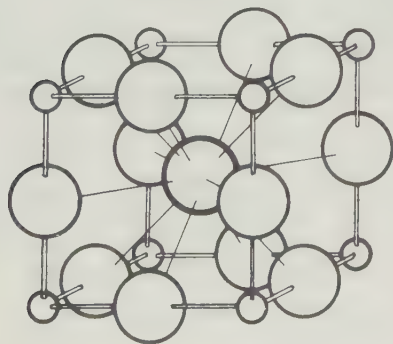


Bild 5.8
Perowskitstruktur

tion A ist in den großen Hohlraum in der Mitte der Elementarzelle eingelagert, der sich durch die unvollständige Packung ergibt.

Bezeichnet man den Abstand zweier sich berührender Anionen mit d, so lauten die Bedingungen für maximale Raumerfüllung:

$$\begin{aligned} r_A &= r_X = \frac{1}{2} d \\ r_B &= \frac{\sqrt{2}-1}{2} d \end{aligned}$$

$$r_A : r_B : r_X = 1 : 0.41 : 1$$

Ein Vergleich mit den Ionendurchmessern beim $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$

$$\varnothing_{\text{Cs}} = 338 \text{ pm}, \quad \varnothing_{\text{Cd}} = 194 \text{ pm}, \quad \varnothing_{\text{SCN}} = 260\text{-}580 \text{ pm}$$

$$r_{\text{Cs}} : r_{\text{Cd}} : r_{\text{SCN}} = 1 : 0.57 : (0.77\text{-}1.72)$$

zeigt, daß die Radienbedingung grob erfüllt ist.

Wenn man geringe Verzerrungen nicht berücksichtigt, erhält man die Realstruktur des $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ aus dem Perowskitgitter, indem man in c-Richtung zwei Zellen aneinanderreicht und beide um ihre gemeinsame Längsachse um 45° dreht. Für die dem $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ entsprechende idealisierte orthorhombische Zelle gelten folgende Beziehungen der Gitterkonstanten:

$$\begin{array}{lcl} a : b : c & \begin{array}{l} \text{berechnet} \\ \text{gemessen} \end{array} & \begin{array}{l} 1 : 1 : 1.41 \\ 1 : 0.67 : 1.15 \end{array} \end{array}$$

In der orthorhombischen Idealstruktur zeigen die 3 Hauptachsen der Koordinationsoktaeder in die $[110]$ -, $[1\bar{1}0]$ - und $[001]$ -Richtung. Aus Bild 5.6 erkennt man, daß wegen der zweifachen Winkelung einer Cd-SCN-Cd -Anordnung der CdS_6 -Oktaeder um ca. 45° um die $[110]$ - und der CdN_6 -Oktaeder um den gleichen Betrag um die $[001]$ -Achse gedreht sind.

5.3. RbHg(SCN)₃

Im Gegensatz zu den beiden vorher beschriebenen Strukturen, die überwiegend ionisch aufgebaut und durch die netzartige Verknüpfung der Anionen mit den koordinativ gebundenen Kationen geprägt sind, kennzeichnen isolierte, kovalent gebundene Baugruppen des Typs $[\text{Hg}(\text{SCN})_x]_n^{n(x-2)-}$ die Thiocyanatomercurate. Bild 5.9 zeigt die Projektion der Elementarzelle des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ auf die a-c-Ebene.

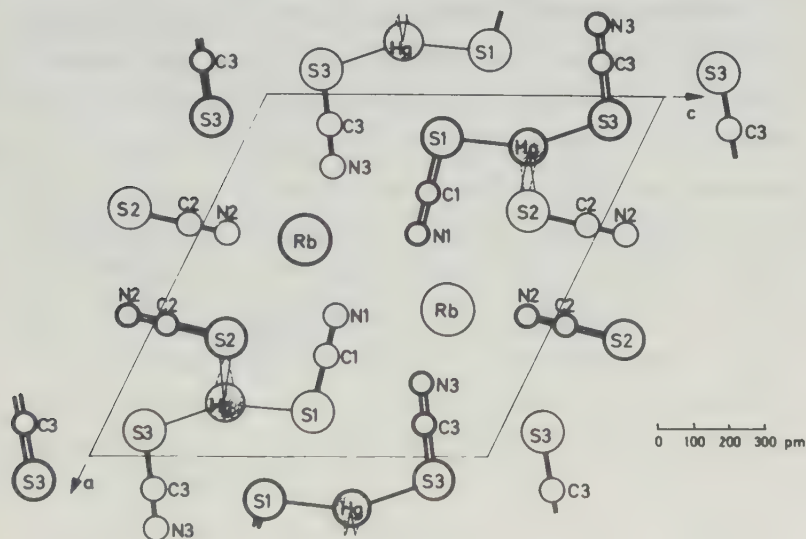


Bild 5.9

Projektion der Elementarzelle von $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ auf die a-c-Ebene

stark gezeichnete Kreise: Höhe $y = 1/4$

schwach gezeichnete Kreise: Höhe $y = 3/4$

Obwohl alle Atome auf Spiegelebenen in den Höhen $y = 0.25$ und $y = 0.75$ liegen, kann man nicht von einer Schichtstruktur

sprechen, denn der Abstand der Ebenen von nur 208 pm läßt Bindungen sowohl innerhalb als auch zwischen den Schichten zu. Damit übereinstimmend wurde auch keine ausgeprägte Spaltbarkeit der Kristalle festgestellt.

$\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ ist aus drei isolierten Baueinheiten - $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ -Molekül, SCN -Anion und Rb -Kation - aufgebaut. Die freien SCN -Anionen sind nur schwach über Schwefel an die $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ -Molekeln koordiniert. Man kann deshalb mit einer gewissen Berechtigung von einem Doppelsalz $\text{RbSCN} \cdot \text{Hg}(\text{SCN})_2$ sprechen.

In Bild 5.9 sind deutlich die planaren $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ -Baueinheiten zu erkennen, wie sie auch aus der Kristallstruktur des $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ ⁷⁷⁾ bekannt sind. Dessen Molekülabmessungen verglichen mit den Daten des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ zeigen gute Übereinstimmung.

	SCN 1	SCN 3	SCN 2	$\text{Hg}(\text{SCN})_2$
d Hg-S	244.8 $\pm$ 0.5	240.0 $\pm$ 0.8	277.3 $\pm$ 0.3	238.1 $\pm$ 0.6
d S-C	163.4 $\pm$ 2.1	164.2 $\pm$ 1.8	170.9 $\pm$ 2.1	162 $\pm$ 2
d C-N	118.6 $\pm$ 2.9	113.5 $\pm$ 2.9	109.2 $\pm$ 2.8	118 $\pm$ 3
d S-N	282.0 $\pm$ 2.1	277.3 $\pm$ 2.3	280.0 $\pm$ 1.9	
$\angle$ (S-Hg-S)	154.45 $\pm$ 0.67		97.41 $\pm$ 0.08	180
$\angle$ (Hg-S-C)	96.74 $\pm$ 0.64	100.08 $\pm$ 0.98	99.31 $\pm$ 0.40	97.6 $\pm$ 0.5
$\angle$ (S-C-N)	179.4 $\pm$ 4.8	173.6 $\pm$ 4.6	180.0 $\pm$ 5.0	177.5 $\pm$ 1.3

Tabelle 5.6

Abstände in pm und Winkel in $^\circ$ für die $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ - und die SCN^- -Baugruppen des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ und für $\text{Hg}(\text{SCN})_2$

Der ungewöhnlich kurze C-N-Abstand von 109 pm im ungebundenen SCN 2 ist bemerkenswert und kann noch nicht gedeutet werden. Interessanterweise tritt auch in der Struktur des

$\text{NH}_4\text{Ag}(\text{SCN})_2$, das aus neutralen AgSCN -Molekülen und isolierten NH_4^+ und SCN^- -Ionen aufgebaut ist, eine lange C-N-Bindung in der neutralen Baugruppe und eine sehr kurze von 109.5 ± 10.7 pm im freien Ion auf. Gleichzeitig mit dem Auftreten von kurzen C-N-Abständen werden beträchtlich gestreckte S-C-Bindungen beobachtet ⁶⁴⁾.

Im $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ sind die beiden Schwefelatome aus Symmetriegründen exakt linear an das Quecksilber gebunden. Durch Packung der isolierten Moleküle im Kristallverband nähern sich endständige Stickstoffatome von vier anderen Nachbarn dem Quecksilber bis auf 281 pm und schaffen so eine oktaedrische (2+4)-Koordination ⁷⁷⁾.

Im $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ ist die lineare S-Hg-S-Anordnung mit 154° deutlich geknickt und die Hg-S-Abstände sind von 238 pm auf 240 bzw. 244 pm aufgeweitet (Bild 5.10.a). Dies ist auf die schon bekannte Erscheinung zurückzuführen, daß sich Hg-S-Abstände beim Übergang von einer 2er-Koordination, wie im ClHgSCN , BrHgSCN ⁸⁷⁾ und $\text{Hg}(\text{SCN})_2$, über tetraedrische 4er-Koordination wie im $\text{Hg}(\text{SCN})_4^{2-}$ zur oktaedrischen 6er-Koordination des $\text{Hg}(\text{phen})_2(\text{SCN})_2$ ⁸⁸⁾ von ca. 231 pm auf 252 pm und 260 pm verlängern.

Eine tetraedrische Umgebung wird erreicht, indem zwei freie SCN -Gruppen mit Hg-S-Abständen von 277 pm eine schwache koordinative Bindung mit dem Hg-Atom eingehen (Bild 5.10.b). Dieser Abstand entspricht größenordnungsmäßig der Summe der Ionenradien von Hg^{2+} und Sulfid. Auch der mittlere Hg-S-Abstand von 259 pm im stark verzerrten Tetraeder liegt merklich

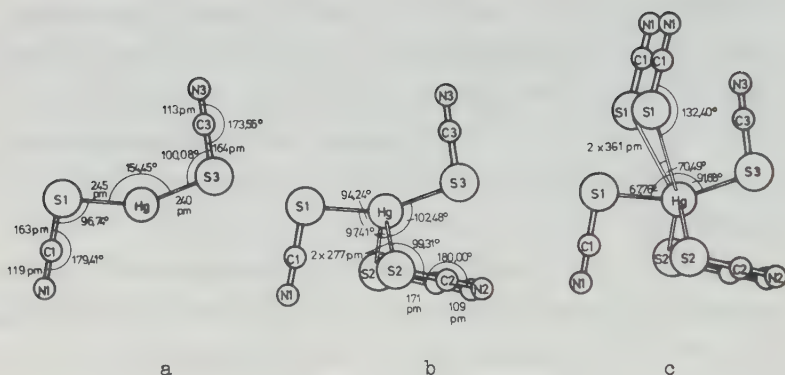


Bild 5.10

Lineare, tetraedrische und oktaedrische Umgebung
des Hg-Atoms im $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$

über dem Erwartungswert von 252 pm, sodaß man vernünftigerweise die Beschreibung als $\text{Hg}(\text{SCN})_2 \cdot \text{RbSCN}$ der einer nur formalen tetraedrischen Koordination vorziehen sollte.

Nebenbei sei erwähnt, daß auch eine stark verzerrte oktaedrische Umgebung des Hg-Atoms (Bild 5.10.c) konstruiert werden kann. Die Entfernung von 361 pm der beiden zusätzlichen Liganden schließt aber jede reelle Bedeutung aus. Allerdings könnte der Kontakt von S1 an zwei weitere Hg-Atome bedingen, daß die Bindung von S1 an Quecksilber in der $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ -Baugruppe im Vergleich zu S3 geschwächt wird, womit der signifikant um 4 pm verlängerte Hg-S-Abstand erklärt werden könnte.

Die neutralen bzw. anionischen Baueinheiten werden in allen drei Raumrichtungen gleichartig durch Rb-Kationen zusammengehalten, sodaß keine ausgezeichneten Richtungen für bevorzugte Bindungen und Verknüpfungen erkennbar sind.

5.4. CsHg(SCN)₃

$\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ ist aus dimeren komplexen Baueinheiten $[\text{Hg}(\text{SCN})_3]^{2-}$ und eingelagerten Cäsiumatomen aufgebaut. Bild 5.11 zeigt die Projektion der Elementarzelle auf die a-c-Ebene.

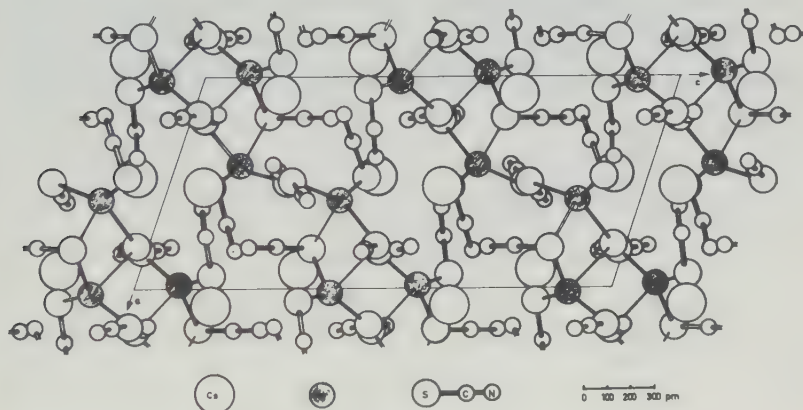


Bild 5.11

Projektion der Elementarzelle von $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ auf die a-c-Ebene
(Die Koordinaten konnten in Bild 5.11 aus Platzgründen nicht angegeben werden und müssen aus Tabelle 4.7 entnommen werden.)

Die 6 Schwefelatome der dimeren Einheit bilden einen fast regulären, kantenverknüpften Doppeltetraeder vom Typ des $\text{Ge}_2\text{S}_6^{4-}$ (39) mit Kantenlängen zwischen 373 pm und 400 pm. Da die sperrigen SCN-Gruppen sich nach sterischen Gründen wahllos im Raum orientieren, besitzt die komplexe Baugruppe nur die Symmetrie C_1 , sodaß keiner der 60 Ortsparameter durch Symmetrielemente vorgegeben ist (Bild 5.12).

Die 6 SCN-Gruppen sollten bei tetraedrischer Koordination

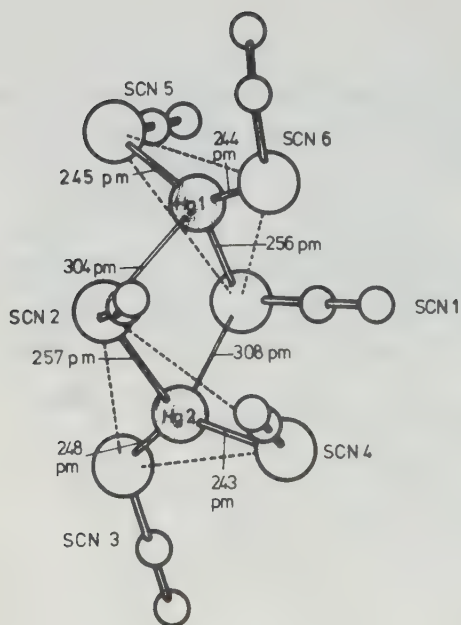


Bild 5.12
Dimere Baueinheit des
 $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$

gleiche Hg-S-Abstände haben. Da aber 4 Thiocyanationen endständig an ein Hg-Atom, 2 dagegen brückenartig über den Schwefel an zwei Quecksilber gebunden sind, ist wegen der Ungleichwertigkeit der beiden Ligandensorten eine ideale Anordnung mit gleichen Abständen instabil.

Zusätzlich sind die Hg-Atome aus den Tetraedermitten voneinander weg in die gegenüberliegenden Dreiecksflächen hinein verschoben und erhalten so eine ebene trigonale Umgebung. Die Abweichungen von der Planarität sind gering:

Hg1 steht 22pm unterhalb, Hg2 nur 6.5 pm oberhalb der von den Schwefelatomen aufgespannten Dreiecksflächen.

Nach dem Hg_2NHBr_2 mit planarer HgBr_3 -Baugruppe ⁸⁹⁾, dem fast ebenen HgJ_3 -Ion im $[(\text{CH}_3)_3\text{S}]\text{HgJ}_3$ ⁹⁰⁾, dem Thiocyanatokomplex $\text{Hg}(\text{SCN})_2 \cdot \text{As}(\text{C}_6\text{H}_5)_3$ ⁹¹⁾ und der Cyanoverbindung $\text{CsHg}(\text{CN})_3$ ⁷⁾ ist das $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ eine weitere Verbindung mit trigonal planar koordiniertem Quecksilber. Während die drei erstgenannten Verbindungen durch je zwei weiter entfernte Liganden zu einer trigonal-bipyramidalen 5er-Koordination ergänzt werden, besteht die Struktur des $\text{CsHg}(\text{CN})_3$ aus Tetraeder-

Dreieck um Hg1		Dreieck um Hg2	
<u>Abstände in pm</u>			
a. endständige SCN			
Hg1-S1	245.5 ± 0.4	Hg2-S3	247.9 ± 0.5
Hg1-S6	244.4 ± 0.6	Hg2-S4	242.6 ± 0.5
b. Brücken-SCN			
Hg1-S1	256.4 ± 0.4	Hg2-S2	256.8 ± 0.4
c. SCN in der Tetraederspitze			
Hg1-S2	303.9 ± 0.5	Hg2-S1	307.7 ± 0.5

<u>Winkel in °</u>			
S5-Hg1-S6	132.34 ± 0.27	S3-Hg2-S4	129.21 ± 0.27
S5-Hg1-S1	108.91 ± 0.16	S3-Hg2-S2	106.62 ± 0.15
S6-Hg1-S1	116.31 ± 0.20	S4-Hg2-S2	123.96 ± 0.22
S5-Hg1-S2	99.41 ± 0.15	S3-Hg2-S1	87.31 ± 0.15
S6-Hg1-S2	97.58 ± 0.17	S4-Hg2-S1	99.84 ± 0.18
S1-Hg1-S2	86.54 ± 0.14	S1-Hg2-S2	85.67 ± 0.13

Tabelle 5.7

Abstände und Winkel in der dimeren Einheit des $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$

ketten im Pyroxen-Typ, bei denen wie im $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ die Hg-Atome aus den Tetraedermitten in eine der Dreiecksflächen verschoben sind. Im $\text{CsHg}(\text{CN})_3$ und im $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ liegen also zwei Varianten der Verknüpfung von gleichartigen, einseitig flächenzentrierten Tetraedern vor.

Die beiden endständigen SCN-Gruppen jeder trigonalen Baueinheit sind durch kurze Bindungen mit dem Quecksilber verbunden. So werden $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ -Einheiten vorgebildet, die in ihren Abmessungen denen in den Kristallstrukturen von $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ und $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ ähnlich sind, sich aber durch die fehlende Planarität und einen weiter verringerten S-Hg-S-Winkel unterscheiden. Tabelle 5.7 enthält Abstände und Winkel der ebenen $\text{Hg}(\text{SCN})_3^-$ -Dreiecke.

Im Idealfall sind die beiden gegenüberliegenden Dreiecksflächen zueinander parallel; im $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ bilden sie einen Diederwinkel von 12.26° . Die Distanz zwischen den beiden Zentralatomen beträgt etwa 400 pm, sodaß jede Art von Wechselwirkung mit Sicherheit ausgeschlossen werden kann.

Der Vierring aus den beiden Hg-Atomen und den beiden S-Atomen der Brücken-SCN, der bei unverzerrter Anordnung eine Rautenform hätte, wird durch die Wanderung der Quecksilber zu einem Rechteck auseinandergezogen, das nur wenig von der planaren Gestalt abweicht (Winkelsumme 352.7°). Obgleich entlang der langen Seiten des Rechtecks nur unbedeutende Bindungskräfte auftreten können, sollte doch erwähnt werden, daß ein Hg_2S_2 -Vierring analog dem Hg_2O_2 -Vierring in der Struktur des $\text{Hg}_2\text{O}(\text{CN})_2$ ⁹²⁾ bei der Diskussion der Spektren von $\text{Hg}(\text{SCN})_2$

und CH_3HgSCN eine Rolle gespielt hat ⁹³⁾.

Eine Gegenüberstellung der geometrischen Daten der 6 Thio-
cyanatgruppen (Tabelle 5.8) zeigt gewisse Schwankungen der in-
teratomaren Abstände und Bindungswinkel. Ein Zusammenhang mit
Abstand und Koordination an Hg, van-der-Waals-Kontakt zu ande-
ren SCN-Gruppen oder Wechselwirkung mit den Kationen konnte
nicht gefunden werden, sodaß die Toleranzen durch Kristallfeld-
effekte begründet sein müssen.

<u>endständige</u> <u>SCN</u>	Hg 2		Hg 1	
	SCN 3	SCN 4	SCN 5	SCN 6
d S-C	166.8 $\pm$ 1.6	169.5 $\pm$ 1.9	168.7 $\pm$ 1.8	168.1 $\pm$ 2.2
d C-N	118.3 $\pm$ 2.3	111.0 $\pm$ 3.0	116.4 $\pm$ 2.6	119.0 $\pm$ 2.9
d S-N	284.8 $\pm$ 1.6	280.3 $\pm$ 2.5	285.0 $\pm$ 2.0	286.9 $\pm$ 2.0
★(S-C-N)	174.6 $\pm$ 5.2	176.6 $\pm$ 5.8	177.1 $\pm$ 5.4	174.8 $\pm$ 6.0
★(Hg-S-C)	95.9 $\pm$ 0.7	98.7 $\pm$ 0.6	99.1 $\pm$ 0.6	96.2 $\pm$ 0.8

<u>Brücken-SCN</u>	SCN 1	SCN 2
d S-C	164.2 $\pm$ 1.8	170.4 $\pm$ 1.5
d C-N	117.4 $\pm$ 2.6	108.8 $\pm$ 2.4
d S-N	281.6 $\pm$ 1.9	278.7 $\pm$ 2.0
★(S-C-N)	178.4 $\pm$ 5.2	173.0 $\pm$ 4.8
★(Hg _{nah} -S-C)	95.9 $\pm$ 0.6	102.7 $\pm$ 0.5
★(Hg _{fern} -S-C)	96.3 $\pm$ 0.7	101.9 $\pm$ 0.6

Tabelle 5.8

Abstände in pm und Winkel in ° der SCN-Gruppen des $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$

Die dimeren Baugruppen sind mit ihren herausstehenden SCN-
Gruppen gegenseitig verzahnt und bilden so einen dreidimensi-
onalen Kristallverband ohne Vorzugsrichtung. Die Cs-Atome sind
in die Gitterhohlräume eingelagert und geben durch Ionenwech-
selwirkung der Struktur zusätzliche Stabilität.

5.5. Koordination der Alkaliionen

Alkaliionen sind als einfach geladene, großvolumige Teilchen im Vergleich zu den Übergangsmetallionen nicht befähigt, koordinative Bindungen einzugehen. In Ionengittern sind sie entsprechend ihrer großen Radien durch hohe Koordinationszahlen von 6, 8 und mehr gekennzeichnet. Da die elektrostatischen Kräfte nicht gerichtet sind, setzen die Alkaliionen einer Verzerrung ihrer Koordination wenig Widerstand entgegen und gerade bei den schweren Rb- und Cs-Ionen werden in niedrigersymmetrischen Strukturen oft ungewöhnliche Umgebungen mit 6 bis 12 Atomen beobachtet.

Während bei kugelförmigen Ionen die geometrischen Verhältnisse noch überschaubar sind, muß in Thiocyanatstrukturen zusätzlich die Orientierung des langgestreckten Anions berücksichtigt werden, denn die SCN-Gruppe kann sich einem Kation je nach Lage mit einem, zwei oder allen drei Atomen gleichzeitig nähern.

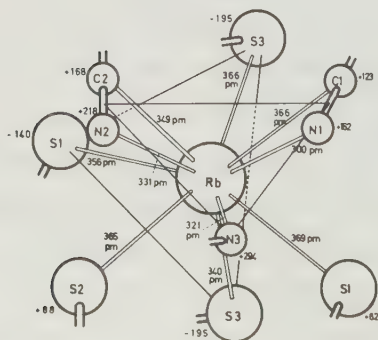


Bild 5.13

Umgebung des Rb-Atoms
im $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$

Im $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ umgeben 10 Atome - 5 S, 3 N und 2 C - das Rubidiumatom mit Abständen zwischen 300 pm und 369 pm. Eine Möglichkeit der Beschreibung des Koordinationspolyeders zeigt Bild 5.13: Ein stark verdrilltes trigonales Prisma, dessen Grundfläche aus drei Schwefelatomen und dessen Deckfläche aus einem Stickstoffatom und den Mitten zweier C-N-Hanteln besteht. Vor zwei der drei Seitenflächen sind weitere Schwefelatome angeordnet.

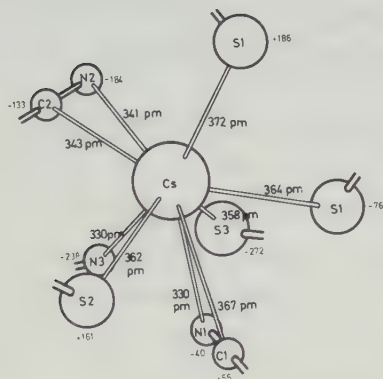


Bild 5.14

Umgebung des Cs-Atoms
im $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$

Das Alkaliatom ist im Perowskitgitter (Bild 5.8) von 12 Anionen kuboktaedrisch umgeben. Stellt man sich die SCN-Ionen längs der Kanten der Elementarzelle gerichtet vor, so sind von jeder Thiocyanatgruppe alle Atome an der Koordination beteiligt. Die maximale Koordinationszahl wäre dann 36 Atome! Sie wird aber wegen Symmetrierniedrigung nicht erreicht. Die 8 nächsten Nachbarn des Cäsiums im $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ - 2 S, 2 C und 4 N - sind in Bild 5.14 gezeigt. Diese 8 Atome im Abstand von 330 pm

bis 367 pm bilden kein einfaches, ins Auge fallendes Polyeder, sodaß auf eine weitere Beschreibung verzichtet wird.

In Thiocyanatomercuraten sind die SCN-Gruppen wegen der Hg-S-Bindung immer mit dem S-Ende auf das Quecksilber gerichtet, sodaß die Gegenrichtung zum Alkaliion zeigen kann. Eine tangentielle SCN-Anordnung ist weniger zu erwarten. Folglich sollte man in der Umgebung der Alkaliatome hauptsächlich N-Atome und nur selten Schwefel finden. Die Koordinationszahlen sollten bei Hg-Verbindungen kleiner als bei den Cd-Komplexen sein, für die durchschnittlich $KZ = 8$ gefunden wurde.

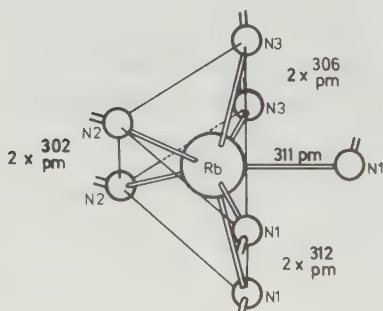


Bild 5.15

Umgebung des Rb-Atoms
im RbHg(SCN)_3

Bild 5.15 zeigt die Umgebung der 7 Stickstoffatome um das Rubidium im RbHg(SCN)_3 . Wegen der speziellen Atomlagen auf den beiden Spiegelebenen wird ein recht gleichmäßiges trigonales Prisma aufgespannt, dessen Höhe die b-Gitterkonstante ist und vor dessen einer Seitenfläche genau über der Mitte ein weiteres N-Atom liegt. Die Abstände fallen alle in einen auffallenden engen Bereich von 303 pm bis 312 pm. Diese Art der 7er-Koordination ist nicht ungewöhnlich und wurde auch bei den Anionen NbF_7^{2-} und TaF_7^{2-} gefunden ⁹⁴⁾.

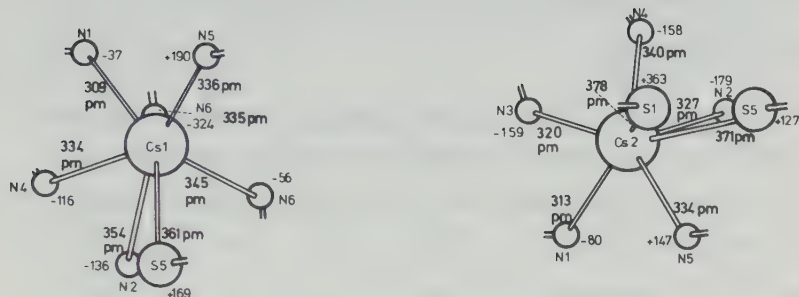


Bild 5.16

Umgebungen der beiden Cs-Atome im $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$

Die Struktur des $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ enthält zwei unabhängige Cäsiumatome, deren Umgebungen in Bild 5.16 gezeigt werden. Cs1 hat 6 N-Atome und einen Schwefel zwischen 309 pm und 361 pm, Cs2 5 N- und 2 S-Atome mit Abständen von 313 pm bis 378 pm als nächste Nachbarn. Auffallend ist, daß gerade die kürzesten Cs-N-Kontakte zu Cs1 mit 309 pm und zu Cs2 mit 313 pm vom gleichen Atom N1 der Brückengruppe SCN 1 hergestellt werden. Diese Wechselwirkung könnte die C-N-Bindung schwächen und ein Vergleich mit Tabelle 5.8 beweist, daß C1-N1 zu den längeren Abständen gehört, während C2-N2 der anderen SCN-Brücke extrem kurz ist.

6. Schwingungsspektroskopische Untersuchungen

6.1. Allgemeines

Alle im Rahmen dieser Arbeit beschriebenen Thiocyanatometallate wurden durch IR-Spektren charakterisiert. Dabei konnten die Literaturangaben weitgehend bestätigt werden. (Übersichtsartikel siehe ^{18,23,95}). Die vier durch dreidimensionale Röntgenstrukturanalyse vollständig aufgeklärten Verbindungen $AM(SCN)_3$ ($A=Rb,Cs$; $M=Cd,Hg$) wurden zusätzlich durch FIR- und Ramanmessungen genauer untersucht.

Die Spektren sind ausgezeichnet durch die drei Gruppenfrequenzen ν_{CN} , ν_{CS} und δ_{SCN} der Thiocyanatgruppen und den Bereich der Gitterschwingungen des polykristallinen Materials unterhalb 300 cm^{-1} . Für die Deutung der gemessenen Frequenzlagen wurde von folgenden Überlegungen ausgegangen:

1. Das SCN -Ion bildet im freien Zustand eine lineare Anordnung mit der Symmetrie $C_{\infty v}$. Die drei Normalschwingungen $\nu_1(\sigma^+, \nu_{CN})$, $\nu_2(\sigma^+, \nu_{CS})$ und $\nu_3(\pi, \delta_{SCN})$ sind sowohl IR- als auch ramanaktiv.

a. Die ν_1 -Frequenz des freien SCN^- -Ions im festen ⁹⁶) $KSCN$ liegt im IR-Spektrum bei 2041 bzw. 2053 cm^{-1} , während in Aceton- oder Methanollösungen eine Bande bei 2066 cm^{-1} erscheint ⁹⁷). Durch Koordination an Metalle erhöht sich in allen Fällen die Frequenz; bei gleichem Zentralatom liegt ν_{CN} für Thiocyanatokomplexe gewöhnlich höher als für analoge Isothiocyanatoverbindungen ⁹⁸). Ausnahmen sind allerdings beobachtet worden. Für verbrücken-

des Thiocyanat wird weitere Frequenzerhöhung gefunden ⁹⁹⁾.
Tabelle 6.1 enthält Zahlenwerte aus IR-¹⁷⁾ und Raman-
messungen ¹⁰⁰⁾.

Verbindung	$\nu_{\text{CN}}(\text{IR})$	$\nu_{\text{CN}}(\text{R})$	Bindung
$\text{K}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4$	2090	2090	Zn-NCS
$\text{K}_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$	2115	2114	Hg-SCN
$\text{ZnHg}(\text{SCN})_4$	2150		Zn-NCS-Hg
$\text{Cd}(\text{SCN})_3^{-4}$		2132	Cd-SCN-Cd

Tabelle 6.1

ν_1 -Frequenzen in cm^{-1} für verschiedene Bindungstypen

Auch aus Form und Breite der Banden bei 2100 cm^{-1} können
Rückschlüsse ¹³⁾ auf die Koordination gezogen werden:
Eine große Linienbreite deutet auf eine Bindung als Iso-
thiocyanatgruppierung hin, während eine scharfe, inten-
sive Linie charakteristisch für M-SCN- Koordination ist.

- b. Die ν_2 - Frequenz des freien SCN^- im IR-Spektrum liegt
bei 743 cm^{-1} für Lösungsspektren und um 748 cm^{-1} für Fest-
körperspektren ⁹⁷⁾. Die Wellenzahlen der Ramanlinien wei-
chen von denen des IR-Spektrums nur unwesentlich ab. Durch
Metall-Stickstoff- Bindung erhöht sich die Frequenz be-
trächtlich auf $780\text{-}860 \text{ cm}^{-1}$ mit einem Mittelwert um 820
 cm^{-1} , während eine M-SCN- Koordination eine bathochrome
Verschiebung auf 700 cm^{-1} bewirkt ¹⁰¹⁾. Man erklärt dies
durch einen größeren Doppelbindungscharakter der C-S-
Bindung in Isothiocyanaten verglichen mit den entspre-

chenden Thiocyanaten ¹⁰²⁾. In Zink-⁵⁶⁾ bzw. Cadmiumverbindungen ⁵⁹⁾, bei denen man SCN- Brücken diskutiert, wurden ν_2 - Frequenzen um 780 bzw. 750 cm^{-1} , im $\text{ZnHg}(\text{SCN})_4$ ein etwas höherer Wert ¹⁷⁾ von 786 cm^{-1} gemessen. Die großen ν_2 - Frequenzunterschiede zwischen bindungsisomeren SCN- Verbindungen könnten eine einwandfreie Zuordnung zu den verschiedenen Koordinationstypen ermöglichen, wenn nicht die ν_{CS} - Schwingungen allgemein intensitäts- schwach wären und bei vielen Verbindungen in diesem Bereich Überlagerungen mit anderen Schwingungen oder starke Absorption auftreten würden.

- c. Die δ_{SCN^-} Frequenz des freien SCN^- liegt bei 470 cm^{-1} ⁹⁷⁾, im festen KSCN tritt eine Aufspaltung in zwei Banden 471 cm^{-1} und 486 cm^{-1} auf ⁹⁶⁾. Durch Koordination an Metalle über das Stickstoffatom ändert sich die Bandenlage gegenüber dem KSCN nicht, bei M-SCN- Bindung tritt eine Frequenzerniedrigung auf ²⁴⁾, wobei die Banden im Bereich 400-480 cm^{-1} stark aufgespalten sind und das Intensitätsmaximum bei etwa 420 cm^{-1} liegt ¹⁰³⁾. Für Brücken- SCN kann man eine Frequenz von etwa 440 cm^{-1} erwarten ⁶⁰⁾. Während die zweifach entartete δ - Schwingung ihren Entartungsgrad bei Koordination über N mit kollinear- arer Anordnung beibehält, tritt bei Koordination über S wegen gewinkelter Anordnung Aufhebung der Entartung und damit Bandenaufspaltung ein.
- d. Wegen der verschiedenen Isotope der Elemente S, C und N muß mit dem Auftreten zusätzlicher Linien gerechnet

werden. Nach Messungen von JONES ^{97,104)} macht sich nur bei der ν_{CN} -Schwingung der Einfluß von ^{13}C durch einen Satelliten mit einer um ca. $45\text{-}50\text{ cm}^{-1}$ niedrigeren Frequenz und einer um den Faktor 10^{-2} geringeren Intensität entsprechend der natürlichen Isotopenverteilung bemerkbar. ^{34}S verursacht wegen seiner geringen relativen Massendifferenz nur eine unbedeutende Frequenzerniedrigung gegenüber ^{32}S ; die restlichen Schwefelisotope und ^{15}N sind wegen ihrer minimalen Häufigkeit ohne jeden Einfluß auf das Spektrum.

- e. Bei allen Verbindungen wurden in den IR-Spektren mehrere Kombinations- und Oberschwingungen gefunden. Die intensivsten sind $\nu_1 + \nu_2$ bei ca. 2800 cm^{-1} und $2\delta_{\text{SCN}}$ bei ca. 900 cm^{-1} . Empirisch ergab sich in Zn-Verbindungen ⁵⁶⁾, daß $2\delta_{\text{SCN}}$ stärker als ν_{CS} ist, während in Cd-Verbindungen das Gegenteil festgestellt wurde ⁵⁷⁾.
- f. Weitere Aufspaltungen der drei SCN-Gruppenfrequenzen werden in Lösungsspektren durch Abweichung der komplexen Anionen von der idealen Tetraeder- oder Oktaedergestalt ⁵⁸⁾ und in Festkörperspektren durch Kopplung nahe beieinander liegender SCN-Gruppen ¹⁰⁵⁾ oder durch kleine Abweichungen von der Linearität der SCN-Moleküle erklärt. Diese Effekte können nur sehr intensitätsschwache Nebenbanden erzeugen.
2. Die Metall-Ligand-Schwingungen sind weniger erforscht, sodaß eine vollständige Deutung der Spektren in diesem Frequenzbereich noch nicht möglich ist. Erfahrungsgemäß liegt die Valenzschwingung einer S-koordinierten Thiocyanatgruppe

zwischen den entsprechenden Schwingungen der Chloro- und Bromokomplexe, die Metall-Isothiocyanat-Valenzschwingung dagegen bei höheren Frequenzen als die M-Cl- Bande ¹⁰⁶⁾:

$$\nu_{(M-NCS)} > \nu_{(M-Cl)} > \nu_{(M-SCN)} > \nu_{(M-Br)}$$

Ausnahmsweise kann auch die Metall-Chlor- Schwingung höherfrequent als die Metall-Isothiocyanat-Schwingung liegen ¹⁰⁷⁾.

Für ν_{Cd-S} kann man eine Frequenz von ca. 230 cm^{-1} erwarten, während in Analogie zu Untersuchungen an Pd-Verbindungen ¹⁰⁸⁾

ν_{Cd-N} um $35-40\text{ cm}^{-1}$ höher liegen sollte ^{18,106)}. Da die Bindungen zwischen Cd und SCN nur schwach kovalent sind,

wurden Cd-N- und Cd-S-Valenzschwingungen im Raman-Lösungsspektrum von TAYLOR, LONG und PLANE ¹⁰⁰⁾ nicht beobachtet.

Die Bestimmung der Hg-S-Frequenz im $K_2Hg(SCN)_4$ bereitete durch Aufspaltungen Schwierigkeiten ¹⁰⁶⁾. Nach einer Arbeit von COONEY und HALL ⁹³⁾ liegen die Hg-S- Schwingungen im

festen $Hg(SCN)_2$ (C_{2h}^3 - $C2/m$) bei 270 cm^{-1} ($\nu_s(S-Hg-S)$, ramanaktiv) und 309 cm^{-1} ($\nu_{as}(S-Hg-S)$, IR-aktiv), die in Lösung bei 278 cm^{-1} und 309 cm^{-1} nur wenig verschoben beobachtet werden. Obwohl das Hg^{2+} - Ion schwerer und größer als Cd^{2+} ist, sind in den untersuchten Verbindungen so-

wohl die Hg-S- Abstände bedeutend kürzer als die Cd-S-Abstände, als auch die Valenzschwingungen ν_{Hg-S} höherfrequent als ν_{Cd-S} , was mit dem stark kovalenten Charakter einer Hg-S- Bindung verglichen mit dem ionischen Aufbau der Thiocyanatocadmate zusammenhängt. Nach Angaben von ⁹³⁾ liegen die Deformationsschwingungen δ_{Hg-S-C} bei 148 cm^{-1} und δ_{S-Hg-S} bei 85 cm^{-1} .

3. Die Librationen der SCN- Gruppen werden nach Berechnungen ¹⁰⁹⁾ bei einem Zehntel des Wertes von δ_{SCN} erwartet. Sie sollten starke Ramanbanden 1.Ordnung und starke IR-Schwingungen 2.Ordnung geben. Im Festkörperspektrum des NaSCN ¹⁰⁵⁾ findet man die SCN-Librationen bei 40-70 cm^{-1} .
4. Die Spektrenzuordnung zu Translationsbewegungen der d^{10} -Zentralatome, der Alkalimetalle und der starren Thiocyanatgruppen ist nicht möglich, da passende Literaturangaben fehlen. Translationsfrequenzen reagieren empfindlich auf geringfügige Änderungen der Potentiale, deren Form und Größe bei den komplizierten und niedrigsymmetrischen Strukturen der untersuchten Verbindungen noch nicht im geringsten bekannt sind. Es läßt sich nur vorhersagen, daß alle Translationsschwingungen unterhalb 150 cm^{-1} liegen müssen. Im Festkörperspektrum des NaSCN werden die SCN-Translationen zwischen 80 cm^{-1} und 150 cm^{-1} gefunden.

6.2. RbCd(SCN)₃ und CsCd(SCN)₃

RbCd(SCN)₃ und CsCd(SCN)₃ sind aus kristallchemischer Sicht grundlegend verschiedene Verbindungen. Trotzdem kann für beide gemeinsam eine Faktorgruppenanalyse durchgeführt werden, da jeweils sich entsprechende Atome und Gruppierungen symmetriegleiche Punktlagen derselben Raumgruppe besetzen. Die Faktorgruppenanalyse wurde mit Hilfe der Tabellen von ADAMS und NEWTON ¹¹⁰⁾ nach der Methode von BHAGAVANTAM ¹¹¹⁾

Gesamtzahl der Translationen :

$$\Gamma = 12 A_g + 12 B_g + 18 A_u + 18 B_u$$

starre Translationen unter C_{2h} : $TA = A_u(T_y) + 2 B_u(T_x, T_z)$

Translationsschwingungen:

$$\Gamma(T) = 12 A_g(R) + 12 B_g(R) + 17 A_u(IR) + 16 B_u(IR)$$

Diese 24 raman- und 33 IR-aktiven Schwingungen müssen alle unterhalb 150 cm^{-1} auftreten und können in den Spektren nicht mehr aufgelöst werden.

d. Rotationen der starren 4 SCN(1)-, 4 SCN(2)- und 4 SCN(3)- Gruppen :

Schwingungs- art	freie Sym- metrie $C_{\infty v}$	Lagesym- metrie C_1	Faktorgruppen- symmetrie C_{2h}
R_x, R_z	$3 \times 4\pi$	$3 \times 4 \times 2 a$	$\begin{matrix} 3 \times 2 A_g \\ 3 \times 2 B_g \\ 3 \times 2 A_u \\ 3 \times 2 B_u \end{matrix}$

Gesamtzahl der Rotationen :

$$\Gamma(R) = 6 A_g(R) + 6 B_g(R) + 6 A_u(IR) + 6 B_u(IR)$$

Diese 12 raman- und 12 IR-aktiven Schwingungen liegen im Bereich von $40-70 \text{ cm}^{-1}$ und überlagern sich mit den Translationschwingungen.

e. innere Schwingungen der 4 SCN(1)-, 4 SCN(2)- und 4 SCN(3)- Gruppen :

Gesamtzahl der inneren Schwingungen :

$$\Gamma(n_1) = 12 A_g(R) + 12 B_g(R) + 12 A_u(IR) + 12 B_u(IR)$$

Von diesen 24 raman- bzw. IR-aktiven Schwingungen liegen je 6 im ν_1 - und im ν_2 - und 12 im δ_{SCN} - Bereich.

Schwingungs- art	freie Sym- metrie $C_{\infty v}$	Lagesym- metrie C_1	Faktorgruppen- symmetrie C_{2h}
ν_{CN}, ν_{CS}	$3 \times 4 \times 2 \sigma^+$	$3 \times 4 \times 2 a$	$3 \times 2 A_g$ $3 \times 2 B_g$ $3 \times 2 A_u$ $3 \times 2 B_u$
δ_{SCN}	$3 \times 4 \pi$	$3 \times 4 \times 2 a$	$3 \times 2 A_g$ $3 \times 2 B_g$ $3 \times 2 A_u$ $3 \times 2 B_u$

Eine Gesamtbilanz ist in Tabelle 6.2 enthalten; sämtliche in den Schwingungsspektren der beiden Verbindungen beobachteten Banden und ihre Zuordnung sind in Tabelle 6.3 aufgeführt.

C_{2h}	N	TA	T'	R	n_i
A_g	30	0	12	6	12
B_g	30	0	12	6	12
A_u	36	1	17	6	12
B_u	36	2	16	6	12
Σ	132	3	57	24	48

Tabelle 6.2
Ergebnisse der Faktorgruppen-
analyse für $RbCd(SCN)_3$ und
 $CsCd(SCN)_3$

$RbCd(SCN)_3$		$CsCd(SCN)_3$		Zuordnung
IR	Raman	IR	Raman	
2850w, br ^{*)}		2860w, br 2810w, br		} $\nu_1 + \nu_2$
	2117m 2109.5s		2119m 2110.5vs	
2093s	2096s		2104m	} ν_1
2080m	2082.5s	2096vs 2065s	2093s 2067vs	

$\text{RbCd}(\text{SCN})_3$		$\text{CsCd}(\text{SCN})_3$		Zuordnung
IR	Raman	IR	Raman	
			2020w	^{13}C -Satellit
938w		955w		} $2\delta_{\text{SCN}}$
900w		937w, br		
828vw		908m		
750m	767m	761w	774.5m	} ν_2
		739m	746.5m	
			743-	^{34}S -Satelliten
			730vw	
	478m		485.5m	} δ_{SCN}
468m	466vw	471sh	475.5s	
458sh	458w	468m	472m	
454m			462w	
448w		452s	458w	} $\nu_{\text{Cd-S}}$
441sh				
237sh	242m	250w	250-255w	
203s, br	208m	198m, br	195m	
	176m		178.5sh	} $\nu_{\text{Cd-S}}$
	167m	158m	177.5s	
104-	146.5s		151m	
150vs, br		135s		
		132sh	132.5s, br	} $\text{T}'(\text{Cd})$
	113w	125w	118sh	
	101.5w	102s	106-109.5m, br	
89s		87m		
80sh	79s	80sh	80.5-82s, br	} $\begin{matrix} \text{R}(\text{SCN}), \\ \text{T}'(\text{SCN}), \\ \text{T}'(\text{Rb, Cs}) \end{matrix}$
		70s		
		65m	63s	
	63w		60sh	
56s			48s	
42m	43sh		41vs	
	38.5m	34m	33sh	
	32vs	30sh	31m	
		23w		

Tabelle 6.3

Tabelle 6.3 : Schwingungsbanden in cm^{-1} von $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ und $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ und ihre Zuordnung

*) hier und in den folgenden Tabellen:

s = stark, m = mittel, w = schwach, br = breit, v = sehr, sh = Schulter.

Die Spektren der beiden Verbindungen sehen in erster Näherung sehr ähnlich aus. Trotzdem fällt auf, daß bei $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ zusätzlich im ν_{CN} -Bereich eine starke niederfrequente Bande erscheint, die zu dem falschen Schluß führte⁵⁷⁾, daß die Verbindung als Doppelsalz $\text{Cd}(\text{SCN})_2 \cdot \text{CsSCN}$ vorliegen soll. Erst die Röntgenstrukturanalyse bewies die Gleichwertigkeit der drei Brücken-SCN-Gruppen. Die überwiegend ionische Packung der Kationen und Anionen ermöglicht aber Unterschiede in den Cd-S- und Cd-N- Abständen bis zu 12pm, die wiederum größere Aufspaltungen der Banden der inneren Schwingungen und die geringe Intensität der Ramanlinien im $\nu_{\text{Cd-S}}$ - und $\nu_{\text{Cd-N}}$ -Bereich erklären.

Bei den Gitterschwingungen fällt die wenig aufgelöste, sehr intensive IR-Bande zwischen 150 cm^{-1} und 100 cm^{-1} auf, in der man die IR-aktiven Translationsbewegungen der Cd-Atome vermuten kann.

6.3. $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$

$\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ enthält zwei Formeleinheiten pro Elementarzelle. Bei 22 Atomen sind 63 optische Zweige und 3 starre Translationen der Gesamtzelle möglich. Diese spalten nach

den Ergebnissen der Faktorgruppenanalyse folgendermaßen auf:

a. starre Translation von 2 Hg, 2 Rb und 3x2 SCN :

Lagesymmetrie C_s	Faktorgruppensymmetrie C_{2h}
$5 \times 2 \ a'$ $5 \ a''$	$5 \times 2 \ A_g$ $5 \ B_g$ $5 \ A_u$ $5 \times 2 \ B_u$

Gesamtzahl der Translationen:

$$\Gamma = 10 A_g + 5 B_g + 5 A_u + 10 B_u$$

starre Translationen unter C_{2h} :

$$TA = A_u(T_y) + 2 B_u(T_x, T_z)$$

Translationsschwingungen:

$$\Gamma(T') = 10 A_g(R) + 5 B_g(R) + 4 A_u(IR) + 8 B_u(IR)$$

b. Rotationen der 3x2 SCN :

freie Symmetrie $C_{\infty v}$	Lage-symmetrie C_s	Faktorgruppen-symmetrie C_{2h}
$3 \times 2 \ \pi$	$3 \times 2 \ a'$ $3 \times 2 \ a''$	$3 \ A_u$ $3 \ B_g$ $3 \ A_u$ $3 \ B_g$

$$\Gamma(R') = 6 B_g(R) + 6 A_u(IR)$$

c. innere Schwingungen der 3x2 SCN :

$$\Gamma(n_1) = 12 A_g(R) + 12 B_u(IR)$$

Von diesen 24 inneren Schwingungen liegen je 3 IR- und ramanaktive im ν_1 -, je 3 im ν_2 - und je 6 im δ_{SCN} -Bereich.

Typ	freie Symmetrie $C_{\infty v}$		Lage-symmetrie C_s		Faktorgruppen-symmetrie C_{2h}
ν_{CN}	$3 \times 2 \sigma^+$	————	$3 \times 2 a'$	$\begin{array}{l} \diagup \\ \diagdown \end{array}$	$\begin{array}{l} 3 A_g \\ 3 B_u \end{array}$
ν_{CS}	$3 \times 2 \sigma^+$	————	$3 \times 2 a'$	$\begin{array}{l} \diagup \\ \diagdown \end{array}$	$\begin{array}{l} 3 A_g \\ 3 B_u \end{array}$
δ_{SCN}	$3 \times 2 \pi$	$\diagup$	$3 \times 2 a'$	$\begin{array}{l} \diagup \\ \diagdown \end{array}$	$\begin{array}{l} 3 A_g \\ 3 B_u \end{array}$
		$\diagdown$	$3 \times 2 a''$	$\begin{array}{l} \diagup \\ \diagdown \end{array}$	$\begin{array}{l} 3 A_g \\ 3 B_u \end{array}$

Tabelle 6.4 zeigt die Gesamtbilanz aller durch die Faktorgruppenanalyse erhaltenen Schwingungen; in Tabelle 6.5 sind die gemessenen Frequenzen und Zuordnungsvorschläge gegenübergestellt.

C_{2h}	N	TA	T'	R	n_i
A_g	22	0	10	0	12
B_g	11	0	5	6	0
A_u	11	1	4	6	0
B_u	22	2	8	0	12
Σ	66	3	27	12	24

Tabelle 6.4

Ergebnisse der Faktorgruppenanalyse für $RbHg(SCN)_3$

IR	Raman	Zuordnung
2825w		$\nu_1 + \nu_2$
2130sh	2152w	} ν_1
2118vs	2134.5vs	
2098m	2112.5m	
2079m	2099w	
	2084vw	
	2079w	^{13}C -Satellit
709sh, 701m, 695m	718.5m, 711sh, 706.5s	ν_2

IR	Raman	Zuordnung
828m		$2\delta_{\text{SCN}}$
459s, 448s, 434sh,	459s, 448.5s, 440m,	} δ_{SCN}
429s, 420w, 425w	431w	
285vs	288m	$\nu_{\text{as}}(\text{Hg-S})$
	271w	} $\nu_{\text{s}}(\text{Hg-S})$
251m	250.5vs	
155s	155w	} $\delta_{\text{Hg-S-C}}$
	140.5m	
	124.5w	} $\delta_{\text{S-Hg-S}}$
90-115s,br	99s	
	85m	} $R'(\text{SCN}_{1,3})$
	67.5vs	
	61sh	} $R'(\text{SCN}_2),$
	36.5vs	
	31s	} $R'(\text{Hg}(\text{SCN})_2)$
	15.5vs	
		} $T'(\text{SCN,Rb,Hg})$

Tabelle 6.5

Schwingungsbanden in cm^{-1} von $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ und ihre Zuordnung

Ein Vergleich der Tabellen 6.4 und 6.5 zeigt, daß in den Spektren im ν_{CN} -Bereich mehr Banden gemessen wurden als nach der Faktorgruppenanalyse erlaubt sind. Dabei wurde von der Vorstellung freier SCN- Gruppen ausgegangen. Die Strukturaufklärung zeigte jedoch, daß neben isolierten SCN- Gruppen auch $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ - Moleküle als größere komplexe Baugruppen enthalten sind, die mehr innere Schwingungen ermöglichen. Zudem koppeln einzelne SCN- Gruppen, die untereinander nahe und parallel angeordnet sind, und erzeugen weitere Aufspaltungen. Wie bei anderen Verbindungen schon häufig beobachtet wurde, ist im

IR-Spektrum die asymmetrische Hg-S- Schwingung stärker als die symmetrische, während im Ramanspektrum die Intensitätsverteilung gerade umgekehrt ist.

Wegen der geringen Anzahl theoretisch möglicher Schwingungen scheint eine genauere Zuordnung aller Linien durch Polarisationsmessungen an orientierten Einkristallen recht aussichtsreich und soll in einer weiterführenden Arbeit versucht werden.

6.4. CsHg(SCN)₃

CsHg(SCN)₃ enthält bei 8 Formeleinheiten 88 Atome in der Elementarzelle, die 261 optische und 3 akustische Zweige erzeugen. Alle Atome besetzen Lagen der Punktsymmetrie C₁ in der Punktgruppe C_{2h}. Eine Faktorgruppenanalyse kann analog der des RbCd(SCN)₃ und CsCd(SCN)₃ durchgeführt werden; ihre Ergebnisse enthält Tabelle 6.6.

C _{2h}	N	TA	T'	R	n ₁
A _g	66	0	30	12	24
B _g	66	0	30	12	24
A _u	66	1	29	12	24
B _u	66	2	28	12	24
Σ	264	3	117	48	96

Tabelle 6.6

Ergebnisse der Faktorgruppenanalyse für CsHg(SCN)

Von diesen 261 Schwingungen liegen sowohl im IR- als auch im Ramanspektrum allein je 12 im ν_1 - und im ν_2 - und 24 im δ_{SCN} - Bereich, die restlichen 165 Banden finden sich unterhalb 300 cm^{-1} . Eine Auflösung der Spektren und eine eindeutige Zuordnung ist bei dieser Vielzahl von Linien natürlich nicht möglich. Tabelle 6.7 enthält die Messwerte.

IR	Raman	Zuordnung
2805w,br		$\nu_1 + \nu_2$
2128sh, 2118m, 2098s,	2132vs, 2122.5s,	ν_1
2083sh	2117s, 2109s	$2\delta_{\text{SCN}}$
910w, 850w		ν_2
696m	712s, 707m, 701sh	δ_{SCN}
445m, 435m, 420s	460m, 454w, 448w,	}
	439w, 430w etc.	
262m, 245m	267m, 252s, 248s	$\nu_{\text{Hg-S}}(1,2,5,6)$
214s	219w	$\nu_{\text{Hg-S}}(3,4)$
160m	156m	}
130sh	135sh	
	102sh	
80-100vs,br	98s	
	91s	
68m,sh	64m	
	49m	
42m	35m	
33s	30.5s	
	24vs	

Tabelle 6.7

Schwingungsbanden in cm^{-1} von $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ und ihre Zuordnung

Im $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ sind keine isolierten $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ -Moleküle, sondern trigonale, planare $\text{Hg}(\text{SCN})_3^-$ -Einheiten enthalten, die zu dimeren Baugruppen $[\text{Hg}(\text{SCN})_3]_2^{2-}$ verknüpft sind. Von den sechs Schwefelatomen sind je zwei eng an ein Quecksilberatom gebunden, während die beiden anderen jeweils etwas weiter entfernt angeordnet sind. Diese unterschiedlichen Bindungslängen zeigen sich im Spektrum durch mehrere Banden im Hg-S-Valenzschwingungsbereich. Allein aus den Spektren ließen sich bisher noch keine Aussagen ⁶⁶⁾ über die komplizierte Struktur des $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ ziehen; die Aufklärung der Struktur könnte aber eine teilweise Deutung der Spektren ermöglichen, vor allem, wenn man die komplexe dimere Baugruppe in eine Faktorgruppenanalyse einbeziehen würde.

7. Experimenteller Teil

7.1. Analysenmethoden

a. Kupfer

Die Verbindung wird mit konz. HNO_3 abgeraucht und der Rückstand in wenig Wasser aufgenommen. Die Bestimmung des zur zweiwertigen Stufe aufoxydierten Kupfers erfolgt jodometrisch.

b. Silber

Die Verbindung wird in viel Wasser zersetzt und die Suspension kurz aufgekocht. Das ausgefallene AgSCN wird abgetrennt, getrocknet und ausgewogen.

c. Zink und Cadmium

Die Verbindung wird in Wasser gelöst und Zink bzw. Cadmium komplexometrisch mit 0.1n Titriplex III- Lösung titriert.

d. Quecksilber

Die Verbindung wird in Wasser gelöst und mit wenig HCl versetzt. Aus der Lösung wird das Quecksilber als HgS gefällt, das abgetrennt, getrocknet und ausgewogen wird.

e. Alkalimetalle

Der Alkaligehalt wird an einem Flammenphotometer der Fa. EPPEN-DORF, Hamburg, durch Vergleich mit eingestellten Eichlösungen bestimmt.

f. Thiocyanat

Die Verbindung wird in verd. HNO_3 gelöst und mit einem Überschuß eingestellter AgNO_3 -Lösung versetzt. Das überschüssige Silber wird nach VOLHARD zurücktitriert. Dieses Verfahren ist nur bei Zn- und Cd-Verbindungen anwendbar. Der SCN -Gehalt der

anderen Komplexe wurde nicht analysiert.

g. Kohlenstoff, Stickstoff und Wasserstoff

C, N und H werden nach den Methoden der Mikroelementaranalyse bestimmt.

7.2. Dichtebestimmung

Die Dichten der Verbindungen wurden mit einem Pyknometer von 3 ml Inhalt bestimmt. Als flüssige Phase diente n-Heptan, dessen Dichte vor jeder Messung für die jeweilige Meßtemperatur durch Auswiegen mit einem 50 ml- Meßkolben festgelegt wurde. Die Dichte der Kristalle berechnete sich nach der Gleichung:

$$\rho_{\text{Kr.}} = \rho_{\text{Fl.}} \cdot \frac{m_{\text{Kr.}}}{m_{\text{Kr.}} + (m_1 - m_2)} ;$$

$\rho_{\text{Fl.}}$ = Dichte der Eichflüssigkeit

$m_{\text{Kr.}}$ = Masse der Kristalle

m_2 = Masse (Pyknometer + n-Heptan + Kristalle)

m_1 = Masse (Pyknometer + n-Heptan)

Diese Formel gilt exakt nur bei Messungen im Vakuum. Der Einfluß des Gewichtes der Luft ist aber unbedeutend.

7.3. Röntgenographische Untersuchungen

Pulveraufnahmen zur Charakterisierung der Verbindungen und zur Identifikation von Gemischen wurden an einer Guinier-de Wolff II- Kamera der Fa. NONIUS, Delft hergestellt. Für Präzisions-Gitterkonstantenbestimmungen diente auch ein Guinier System 600 der Fa. HUBER, Rimsting. Als Eichsubstanz für die Standardisierung wurde $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (p.A. Merck) benutzt, dessen Gitterkonstante ($a = 785.68 \text{ pm}$) sehr genau bekannt ist.

Einkristallaufnahmen wurden an Weissenberg-Kameras der Firmen NONIUS, Delft und STOE, Darmstadt, an Precession-Kameras von NONIUS und am Explorer von STOE angefertigt. Die Auswertung der Aufnahmen erfolgte nach den üblichen Methoden.

Die genannten Geräte wurden am Kristalloflex 4 der Fa. SIEMENS betrieben. Für Pulver- und Weissenberg-Kameras wurde $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung ($\lambda = 154.18 \text{ pm}$), für Precession-Kameras und für den Explorer $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung ($\lambda = 71.05 \text{ pm}$) verwendet.

Die Reflexintensitäten der vier in ihrer Struktur vollständig aufgeklärten Verbindungen wurden an einem automatischen Vierkreisdiffraktometer gemessen. Siehe dazu Abschnitt 4.1.2.

7.4. Aufnahme der Schwingungsspektren x)

Die IR-Spektren im Bereich 4000 cm^{-1} bis 400 cm^{-1} wurden mit einem PERKIN-ELMER-Gitterspektrometer 621 und für Routine-messungen von 4000 cm^{-1} bis 625 cm^{-1} mit einem PERKIN-ELMER-Gitterspektrometer 257 aufgenommen. Die FIR-Spektren im Bereich von 400 cm^{-1} bis 20 cm^{-1} wurden an einem Fourier-Spektrometer FIR-30 der Fa. POLYTEC vermessen.

Die Proben waren je nach Frequenzbereich und Art des Spektrums als KBr- oder Polyäthylenpresslinge oder als Nujolsuspensionen präpariert.

Zur Aufnahme der Ramanspektren zwischen 2500 cm^{-1} und 15 cm^{-1} diente ein Raman-Spektrometer Modell 82 der Fa. CARY, das mit einem Krypton-Ionen-Laser der Fa. SPECTRAPHYSIKS, Modell 164 betrieben wurde.

x) Für die Anfertigung der Spektren danke ich den Mitarbeitern der Abteilung für Strukturchemie, Leiter Prof. Dr. D. Breiting.

7.5. Durchführung der Berechnungen

Die Berechnungen im Rahmen dieser Arbeit wurden an der Rechenanlage CD 3300 der Fa. CONTROL DATA im Rechenzentrum der Universität Erlangen-Nürnberg durchgeführt. Hierzu standen folgende Programme zur Verfügung:

1. Programm POWDER zur Auswertung von Pulveraufnahmen.
2. Programm für dreidimensionale PATTERSON- und FOURIER-Synthesen.
3. Full-Matrix-Least-Squares-Programm für isotrope und anisotrope Temperaturfaktoren.
4. Abstände- und Winkelprogramm DISTANG.
5. Programm MABE zur Berechnung der besten Ebene.

Programmautoren:

1. Dr. M. Dräger, Universität Mainz
2. - 5. Prof. Dr. H. Burzlaff und Dr. R. Böhme,
Universität Erlangen-Nürnberg

Den genannten Autoren danke ich für die Überlassung der Programme.

Weiterhin wurden vom Verfasser dieser Arbeit folgende Rechenprogramme selbst erstellt:

6. Programm DIFFAUS zur Aufarbeitung von Diffraktometerdaten und Anpassung an die anderen Rechenprogramme.
7. Mittelungsprogramm für symmetrieäquivalente Reflexe in allen Kristallsystemen.
8. Absorptionskorrektur für kugelförmige Kristalle.

9. Kombiniertes Absorptions- und Mittelungsprogramm.
10. Programm zum Plotten von Projektionen.
11. Programm zum Berechnen der Atomformfaktoren.
12. Spezialversion von 3. zur optimalen Ausnutzung des erweiterten Kernspeichers.

Den Herren des Rechenzentrums danke ich für die zur Verfügung gestellte Rechenzeit und für die Unterstützung bei der Durchführung der Berechnungen.

8. Tabellen

8.1. Auswertung der Guinieraufnahme von $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$

Nr.	$\vartheta_{\text{gem.}}$	$\vartheta_{\text{ber.}}$	hkl	$d_{\text{ber.}}$	Int.
1	6.71	6.71	020	6.597	15
2	7.02	7.00	002	6.324	45
3	8.50	8.48	110	5.230	70
4	8.97	8.96	$\overline{1}11$	4.952	10
5	9.42	9.40	111	4.722	<10
6	9.74	9.72	022	4.565	50
7	10.30	10.30	120	4.312	<10
8	10.68	10.65	$\overline{1}12$	4.161	45
		10.70	$\overline{1}21$		
9	11.08	11.07	013	4.015	20
		11.07	121		
10	12.18	12.17	$\overline{1}22$	3.658	45
11	12.32	12.33	032	3.611	<10
12	12.54	12.53	023	3.553	<10
13	12.70	12.67	$\overline{1}03$	3.514	20
14	12.81	12.79	130	3.481	50
15	13.14	13.12	$\overline{1}31$	3.396	25
16	13.44	13.43	131	3.319	30
17	13.53	13.52	040	3.299	15
18	14.06	14.03	113	3.180	30
19	14.13	14.11	004	3.162	30
20	14.41	14.39	$\overline{1}23$	3.102	35
21	14.56	14.52	014	3.075	55
22	14.96	14.92	132	2.994	100
23	15.28	15.23	123	2.934	10
		15.67	140		
24	15.71	15.68	024	2.85	20
		15.70	200		
25	15.98	15.94	$\overline{1}41$	2.807	30

Nr.	$\vartheta_{\text{gem.}}$	$\vartheta_{\text{ber.}}$	hkl	$d_{\text{ber.}}$	Int.
26	16.10	16.04	$\overline{1}14$	2.787	55
		16.07	210		
27	16.71	16.77	$\overline{2}02$	2.671	25
28	17.04	16.99	$\overline{1}42$	2.638	25
29	17.14	17.05	114	2.628	40
		17.06	133		
30	17.20	17.12	$\overline{2}12$	2.617	80
		17.15	220		
31	17.30	17.26	043	2.598	25
32	17.51	17.48	142	2.567	15
		18.08	015		
33	18.14	18.08	212	2.48	25
		18.14	$\overline{2}22$		
34	18.82	18.78	150	2.394	65
35	18.98	18.92	$\overline{1}05$	2.378	10
36	19.10	19.06	222	2.361	65
37	19.76	19.74	044	2.283	35

usw.

8.2. Auswertung der Guinieraufnahme von $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$

Nr.	$\vartheta_{\text{gem.}}$	$\vartheta_{\text{ber.}}$	hkl	$d_{\text{ber.}}$	Int.
1	7.10	7.10	011	6.22	< 10
		7.15	002		
2	7.33	7.37	110	6.006	< 10
3	8.19	8.20	200	5.405	60
4	10.29	10.29	$\overline{1}12$	4.31	70
			112		
5	11.48	11.50	$\overline{1}03$	3.86	15
		11.55	103		
6	12.31	12.32	020	3.612	30

Nr.	$\vartheta_{\text{gem.}}$	$\vartheta_{\text{ber.}}$	hkl	$d_{\text{ber.}}$	Int.
7	12.42	12.42	013	3.585	40
8	12.57	12.58	212	3.539	< 10
9	12.84	12.85	301	3.466	15
10	12.99	13.00	120	3.426	15
11	13.03	13.07	T13	3.409	15
12	13.11	13.12	113	3.397	25
13	13.44	13.49	T21	3.304	10
14	13.83	13.83	310	3.225	10
15	14.41	14.41	004	3.097	35
16	14.88	14.87	220	3.003	95
17	15.31	15.30	Z21	2.921	15
18	15.62	15.60	312	2.867	95
19	15.68	15.67	312	2.854	100
20	16.47	16.44	303	2.724	25
21	16.57	16.55	303	2.705	30
		16.57	400		
22	16.72	16.72	204	2.680	30
23	17.01	16.98	T23	2.637	15
		17.02	123		
24	18.61	18.59	T05	2.41	< 10
		18.64	105		
25	19.17	19.14	024	2.351	15
26	20.58	20.53	T32	2.197	65
		20.55	132		
27	20.91	20.87	420	2.164	50

usw.

8.3. Auswertung der Guinieraufnahme von $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$

Nr.	$\gamma_{\text{gem.}}$	$\gamma_{\text{ber.}}$	hkl	$d_{\text{ber.}}$	Int.
1	4.25	4.28	100	10.321	50
2	4.38	4.40	001	10.046	30
3	4.63	4.66	$\bar{1}01$	9.498	70
4	7.33	7.35	101	6.029	25
5	7.79	7.80	$\bar{2}01$	5.677	65
6	8.80	8.83	002	5.023	50
7	9.35	9.34	$\bar{2}02$	4.749	20
8	11.24	11.24	201	3.956	55
9	11.52	11.51	110	3.856	65
		11.55	011		
10	11.65	11.66	$\bar{1}11$	3.816	35
11	12.17	12.18	$\bar{3}02$	3.655	20
12	12.38	12.39	$\bar{2}03$	3.593	35
13	12.97	13.00	111	3.428	100
14	13.39	13.39	$\bar{1}12$	3.330	30
15	13.74	13.76	210	3.242	45
16	14.08	14.09	$\bar{3}03$	3.166	15
17	15.67	15.69	112	2.850	20
		15.70	103		
18	15.77	15.76	$\bar{4}02$	2.838	15
19	15.95	15.97	$\bar{3}11$	2.802	70
20	16.14	16.16	$\bar{2}04$	2.769	55
21	16.44	16.46	$\bar{2}13$	2.721	<10
22	16.83	16.82	$\bar{4}03$	2.665	<10
23	16.88	16.89	310	2.653	<10
24	17.02	17.04	$\bar{3}04$	2.631	35
25	17.38	17.38	400	2.580	50
26	17.76	17.81	$\bar{3}13$	2.521	45
27	17.85	17.88	004	2.512	40
28	18.36	18.40	212	2.442	15
29	18.70	18.72	302	2.401	10
30	18.85	18.87	203	2.384	35

Nr.	$\vartheta_{\text{gem.}}$	$\vartheta_{\text{ber.}}$	hkl	$d_{\text{ber.}}$	Int.
31	18.91	18.94	$\overline{4}04$	2.375	30
32	19.12	19.14	113	2.352	45
33	19.85	19.78	$\overline{1}14$	2.278	40
34	20.31	20.33	$\overline{2}05$	2.218	<10
		20.35	$\overline{5}01$		
35	20.68	20.64	$\overline{3}05$	2.187	10
36	21.09	21.00	$\overline{7}05$	2.151	15
37	21.78	21.72	020	2.084	45

usw.

8.4. Auswertung der Guinieraufnahme von $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$

Nr.	$\vartheta_{\text{gem.}}$	$\vartheta_{\text{ber.}}$	hkl	$d_{\text{ber.}}$	Int.
1	4.63	4.67	002	9.473	10
2	5.56	5.59	$\overline{7}02$	7.910	25
3	6.16	6.19	012	7.150	95
4	8.11	8.13	020	5.449	100
5	9.07	9.10	$\overline{7}04$	4.876	<10
6	9.36	9.37	004	4.736	50
7	9.80	9.80	200	4.528	65
8	9.97	9.97	$\overline{1}14$	4.451	70
9	10.27	10.28	$\overline{2}12$	4.318	10
10	10.61	10.62	210	4.181	10
11	11.22	11.24	$\overline{2}04$	3.955	35
12	11.93	11.97	$\overline{2}14$	3.718	20
13	12.43	12.45	024	3.575	55
14	12.56	12.59	114	3.538	60
15	12.78	12.79	220	3.483	100
16	13.01	13.02	$\overline{2}23$	3.421	15

Nr.	$\gamma_{\text{gem.}}$	$\gamma_{\text{ber.}}$	hkl	$d_{\text{ber.}}$	Int.
17	13.13	13.15	T31	3.389	15
18	13.37	13.38	Z15	3.332	10
19	13.69	13.70	131	3.254	10
20	13.92	13.94	Z24	3.201	40
21	14.00	14.03	T16	3.181	<10
22	14.23	14.25	T33	3.131	<10
23	14.48	14.48	124	3.084	<10
24	14.71	14.73	016	3.033	65
25	14.81	14.83	Z04	3.012	40
26	15.17	15.18	Z25	2.945	<10
27	15.35	15.40	Z14	2.904	100
28	15.67	15.67	204	2.854	15
29	15.79	15.79	230	2.836	40
30	16.21	16.21	214	2.761	30
31	16.29	16.30	Z22	2.747	20
32	16.41	16.44	040	2.725	20
33	16.74	16.75	Z34	2.676	15
34	16.99	17.00	Z24	2.636	45
35	17.13	17.13	T41	2.618	25
36	17.20	17.21	134	2.606	45
37	17.45	17.45	312	2.570	25
38	17.75	17.75	224	2.528	15
39	18.28	18.27	142	2.459	15
40	18.31	18.32	T36	2.453	15
41	18.50	18.50	T18	2.429	45

usw.

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
7	2	1	3.72	-3.32	-2	2	10	12.62	12.14	-6	1	5	2.67	-3.21
-15	2	2	4.23	4.36	-1	2	10	2.32	2.21	7	1	5	3.23	-2.96
-7	2	2	7.16	7.16	0	2	11	12.34	12.34	-6	1	5	4.67	-5.49
-7	2	2	4.86	-4.96	1	2	10	4.63	-4.13	-5	3	5	4.82	-4.52
-6	2	2	23.19	23.33	2	2	10	23.29	23.18	-3	3	5	10.33	10.67
-5	2	2	5.42	5.12	4	2	10	15.69	15.21	1	1	4	4.43	-4.43
-2	2	2	7.52	7.07	6	2	10	5.86	5.46	1	1	5	16.63	-17.07
-3	2	2	11.86	-11.49	8	2	10	3.61	3.34	2	1	5	17.17	17.53
1	2	2	9.95	-9.83	-4	2	11	6.56	-6.45	3	3	5	6.37	-4.43
2	2	2	5.95	-6.51	-3	2	11	3.15	-3.37	4	1	5	6.47	-6.46
2	2	2	11.17	10.60	-2	2	11	3.39	4.15	5	1	5	6.11	-6.25
6	2	2	13.64	12.85	0	2	11	6.25	6.02	3	3	5	3.27	-3.34
7	2	2	3.85	4.15	1	2	11	12.05	11.94	-3	3	6	3.53	3.26
8	2	2	6.44	6.17	4	2	11	5.31	-5.47	-7	3	6	11.69	13.53
-5	2	3	0.42	-0.53	-8	2	12	6.39	6.03	-5	3	6	12.91	12.74
-4	2	3	6.39	6.08	-6	2	12	7.44	7.44	4	3	6	13.10	13.34
-3	2	3	2.15	2.42	-4	2	12	7.63	6.63	-3	3	6	20.22	20.32
-2	2	3	4.32	-4.15	-2	2	12	17.74	17.91	-2	3	6	5.59	-6.16
0	2	3	10.37	10.37	0	2	12	24.88	25.04	-1	3	6	17.81	18.08
1	2	3	16.69	-17.05	1	2	12	2.72	-2.31	0	3	6	13.34	-13.47
3	2	3	2.77	-3.01	2	2	12	10.79	10.31	2	3	6	5.19	5.12
3	2	3	16.02	-15.40	3	2	12	2.46	2.46	3	3	6	25.64	26.32
4	2	3	6.32	6.64	4	2	12	5.39	5.36	4	3	6	6.46	8.22
-10	2	4	5.49	4.74	6	2	12	6.44	6.23	5	3	6	13.43	12.35
-9	2	4	5.92	5.97	13	2	13	3.53	3.31	3	3	6	6.44	5.56
-6	2	4	10.81	10.56	-2	2	13	3.12	3.22	9	3	6	4.04	4.35
-5	2	4	5.62	5.53	-1	2	13	4.72	4.59	-6	3	7	3.35	3.25
-4	2	4	24.31	25.30	0	2	13	2.63	-2.45	-5	7	7	6.72	6.46
-3	2	4	4.94	4.91	1	2	13	2.83	-3.13	-4	3	7	15.33	-15.03
-1	2	4	5.94	-6.35	4	2	13	4.32	4.14	-3	3	7	3.05	-3.60
0	2	4	19.07	19.21	-6	2	14	6.52	6.60	-2	3	7	7.52	7.71
0	2	4	16.26	-10.54	-4	2	14	13.12	13.12	-1	3	7	6.25	-6.15
2	2	4	14.33	14.42	-2	2	14	10.81	10.83	3	7	7	7.12	7.70
3	2	4	10.27	10.41	0	2	14	5.56	4.88	1	3	7	6.93	6.06
4	2	4	25.05	25.17	1	2	14	4.83	4.32	3	7	7	8.66	7.46
4	2	4	2.63	2.68	2	2	14	8.24	8.24	4	7	7	4.44	-6.37
6	2	4	15.38	15.05	4	2	14	11.52	11.11	5	3	7	2.52	-2.41
7	2	4	3.78	-4.02	-5	2	15	2.59	2.56	-9	3	8	4.27	4.12
7	2	4	5.73	5.86	-4	2	16	6.93	6.47	-7	3	8	16.14	16.11
-6	2	5	5.62	5.36	-2	2	16	6.85	6.86	-5	3	8	11.27	11.13
-5	2	5	4.47	4.34	0	2	16	13.07	12.58	-4	3	8	5.83	-5.73
-4	2	5	6.13	-6.13	2	2	16	7.44	7.37	-3	3	8	23.06	23.72
-3	2	5	9.55	-9.55	-1	2	16	3.95	-3.94	-2	3	8	6.88	6.88
-2	2	5	4.45	-4.46	0	2	16	6.23	6.03	-1	3	8	25.54	26.72
0	2	5	15.07	15.57	4	2	18	5.04	4.33	0	3	8	25.03	25.77
1	2	5	4.55	-4.65	-2	2	20	4.46	4.32	1	3	8	23.87	24.33
2	2	5	3.56	3.54	-4	2	22	4.20	4.20	2	3	8	15.28	15.22
3	2	5	12.10	12.00	2	3	6	13.43	-13.45	4	3	8	5.35	-5.43
4	2	5	6.13	-6.04	4	3	0	2.69	2.24	5	3	8	11.82	11.41
5	2	5	2.42	2.48	5	3	0	23.84	23.55	-5	3	9	8.23	8.04
7	2	5	4.54	-4.54	6	3	0	2.37	2.37	-5	3	9	2.40	-2.43
-10	2	6	3.25	3.17	7	3	0	6.90	6.83	-4	3	9	4.02	4.03
-8	2	6	7.04	6.96	9	3	0	6.13	6.36	-3	3	9	2.61	2.65
-6	2	6	16.15	16.20	-4	3	1	4.08	-4.04	-2	3	9	5.47	5.49
-6	2	6	2.63	2.62	-3	3	1	23.45	23.05	-1	3	9	9.62	9.34
-4	2	6	26.63	20.59	-2	3	1	10.69	-11.44	1	3	9	11.73	-11.34
-3	2	6	2.99	2.87	2	3	1	13.87	14.17	1	3	9	3.27	-3.23
-2	2	6	14.61	10.38	3	3	1	12.24	12.15	2	3	9	6.19	-6.10
-1	2	6	7.45	-6.36	4	3	1	1	-2.34	3	3	9	4.51	-4.49
1	2	6	6.35	6.52	5	3	1	6.03	6.03	4	3	9	7.26	7.35
3	2	6	3.66	-3.60	7	3	1	3.53	-3.79	-9	3	10	3.60	3.71
4	2	6	15.44	14.55	8	3	1	2.63	-2.51	-7	3	10	9.21	8.92
5	2	6	3.37	-3.77	-9	3	2	5.69	5.18	-6	3	10	13.97	13.63
6	2	6	6.56	6.26	-7	3	2	14.17	15.02	-4	3	10	5.57	5.72
8	2	6	6.14	6.12	-6	3	2	5.34	5.18	-3	3	10	17.44	17.47
7	2	7	3.11	3.07	-5	3	2	16.24	16.32	-2	3	10	10.15	10.10
-5	2	7	6.94	-7.15	-3	3	2	25.21	25.34	-1	3	10	16.75	16.76
-4	2	7	6.93	-5.55	-2	3	2	9.87	-10.47	3	3	10	5.34	-5.77
-3	2	7	6.28	-6.20	-1	3	2	20.24	21.15	1	3	10	21.16	20.66
7	2	7	19.19	19.75	3	3	2	12.95	-13.66	2	3	10	6.13	6.13
-1	2	7	5.30	5.74	2	3	2	9.89	10.02	3	3	10	15.50	14.79
6	2	7	12.66	-12.70	3	3	2	17.92	17.40	4	3	10	6.57	6.45
1	2	7	18.73	19.36	5	3	2	18.93	18.24	5	3	10	10.01	10.18
3	2	7	13.49	-12.89	6	3	2	3.29	-3.34	7	3	10	4.61	4.61
4	2	7	4.37	-4.33	7	3	2	8.14	8.03	-4	3	11	2.99	3.31
6	2	7	5.31	5.50	9	3	2	6.82	6.96	-2	3	11	4.59	-4.51
8	2	7	7.76	7.93	3	3	3	3.53	-3.69	-1	3	11	5.96	-5.42
-6	2	8	6.53	6.65	4	3	3	3.19	-3.11	4	3	11	6.44	6.44
-5	2	8	3.93	-3.91	-3	3	3	13.49	-13.20	2	3	11	2.11	1.83
-4	2	8	15.15	15.44	-2	3	3	15.75	16.77	3	3	11	2.39	2.31
-3	2	8	5.68	-5.63	-1	3	3	15.03	-15.12	4	3	11	3.43	-3.51
0	2	8	30.53	31.26	0	3	3	19.00	-19.16	-7	3	12	7.04	6.91
1	2	8	2.75	-2.32	2	3	3	4.57	-4.62	-5	3	12	5.55	5.90
3	2	8	10.83	10.33	4	3	3	8.05	-8.06	-3	3	12	16.45	16.77
4	2	8	2.56	-2.45	5	3	3	12.92	-12.95	-2	3	12	10.22	-10.22
4	2	8	12.87	12.55	6	3	3	6.09	6.19	-1	3	12	14.47	15.25
6	2	8	13.23	13.03	-9	3	4	4.19	4.10	1	3	12	16.95	16.77
6	2	8	4.63	4.60	-7	3	4	13.15	13.19	2	3	12	5.71	6.67
-3	2	9	5.23	5.15	-6	3	4	2.65	-2.58	3	3	12	7.52	7.55
-6	2	9	13.72	13.88	-5	3	4	9.10	6.75	5	3	12	9.21	9.20
-1	2	9	7.99	-8.47	-4	3	4	11.83	-11.84	7	3	12	4.10	3.63
0	2	9	15.27	-15.22	-2	3	4	11.61	12.13	-3	3	12	2.57	-2.67
1	2	9	7.29	-7.50	0	3	4	10.77	12.87	-1	3	12	4.33	3.33
2	2	9	17.22	17.42	2	3	4	11.52	-11.63	0	3	13	6.25	6.73
4	2	9	4.73	-4.56	3	3	4	8.61	8.60	2	3	13	6.38	-5.85
5	2	9	7.03	-7.03	4	3	4	6.31	-6.32	-1	3	14	5.65	5.84
7	2	9	2.91	-2.13	5	3	4	26.14	26.25	-5	3	14	8.12	8.42
-6	2	10	11.19	11.48	6	3	4	3.80	3.96	-3	3	14	13.69	13.59
-5	2	10	4.45	-4.42	7	3	4	7.97	7.96	-2	3	14	3.54	3.13
-4	2	10	21.77	22.03	9	3	4	4.48	4.69	-1	3	14	3.72	3.51

M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC
1	3	14	12.67	12.24	-1	4	8	3.76	3.70	-7	5	4	11.49	11.21
3	3	14	10.15	9.59	0	4	8	19.70	26.48	-6	4	4	2.42	-2.43
9	3	14	7.51	7.10	1	4	8	5.37	5.80	-5	4	4	20.40	26.43
-1	1	15	2.92	-2.62	2	4	8	30.14	30.84	-4	4	4	13.51	13.43
-5	1	15	5.29	5.14	3	4	8	13.03	13.03	-3	4	4	9.23	8.41
-3	3	16	6.51	6.76	5	4	8	3.93	-3.55	-2	5	4	23.46	-23.43
-1	3	16	10.78	10.59	6	4	8	4.01	5.02	0	5	4	4.43	4.37
1	1	16	11.41	10.94	6	4	9	6.05	-6.05	2	5	4	4.45	4.24
3	3	16	3.73	3.48	-4	4	9	3.49	3.49	3	5	4	21.46	21.46
5	3	16	4.03	3.71	-3	4	9	3.55	3.10	4	5	4	4.93	4.56
-3	3	17	3.26	-3.50	-2	4	9	2.11	-1.71	5	5	4	7.13	7.13
5	3	18	5.44	3.52	-1	4	9	5.46	-5.07	7	5	4	5.40	-5.45
1	4	0	15.12	14.44	0	4	9	9.12	3.47	6	5	4	9.13	9.49
3	4	0	20.65	-21.16	1	4	9	8.71	8.68	9	5	4	4.22	4.15
4	4	0	7.73	7.12	2	4	9	12.93	-12.93	-6	5	5	3.73	-3.40
5	4	0	11.43	11.46	3	4	9	2.98	-2.90	-4	5	5	6.19	-6.54
6	4	0	13.75	13.56	-8	4	10	6.15	6.40	-3	5	5	5.15	5.14
8	4	0	5.33	6.13	-6	4	10	6.18	6.54	-1	5	5	23.43	-24.34
-5	4	1	6.55	-8.61	-4	4	10	6.7	6.64	0	5	5	15.39	17.19
-4	4	1	13.45	10.63	-3	4	10	6.31	6.04	1	5	5	19.19	19.49
0	4	1	16.37	-18.85	-2	4	10	21.33	22.46	2	5	5	11.19	-11.25
1	4	1	10.76	-11.10	0	4	10	27.13	27.71	4	5	5	7.43	-7.35
3	4	1	10.94	-10.88	1	4	10	6.65	-6.79	5	5	5	3.46	2.11
4	4	1	7.65	7.38	2	4	10	6.31	5.65	-6	5	5	2.45	3.47
5	4	1	5.37	5.20	4	4	10	5.33	4.93	-7	5	6	4.27	4.10
6	4	1	4.43	4.22	6	4	10	9.73	9.13	-6	5	6	6.25	-4.29
7	4	1	3.59	3.86	-5	4	11	7.71	7.67	-5	5	6	1.29	1.29
-10	4	2	4.47	4.28	-3	4	11	7.85	8.13	-2	5	6	2.17	-1.06
-7	4	2	3.30	3.37	-2	4	11	8.62	-8.76	0	5	6	18.54	18.06
-6	4	2	14.24	14.26	3	4	11	3.59	3.59	1	5	6	11.34	10.79
-4	4	2	21.86	22.05	-8	4	12	3.29	3.71	2	5	6	11.32	-11.34
-3	4	2	10.30	9.61	-6	4	12	6.18	6.66	3	5	6	19.73	19.22
0	4	2	4.32	5.38	-4	4	12	12.56	12.71	4	5	6	5.61	4.94
1	4	2	21.33	22.10	-3	4	12	5.68	-5.68	5	5	6	14.17	13.35
3	4	2	2.78	2.78	-2	4	12	15.67	15.58	6	5	6	2.86	2.87
4	4	2	25.40	25.18	0	4	12	5.73	5.45	7	5	6	8.61	8.52
5	4	2	3.17	3.17	1	4	12	6.63	6.31	-5	5	7	5.51	-5.13
6	4	2	12.86	12.76	2	4	12	12.92	12.69	-4	5	7	3.54	3.39
7	4	2	3.31	-3.41	4	4	12	12.45	12.17	-3	5	7	3.98	4.42
8	4	2	5.63	5.63	6	4	12	4.85	4.76	-2	5	7	2.84	-2.81
-7	4	3	2.93	-2.93	4	4	13	9.12	-9.23	-1	5	7	3.41	3.11
-6	4	3	3.55	3.33	0	4	13	5.35	5.86	0	5	7	4.02	4.02
-5	4	3	10.43	10.41	1	4	13	5.13	4.30	1	5	7	7.81	7.45
-4	4	3	8.13	-7.93	4	4	14	7.64	7.93	2	5	7	4.48	-4.42
-3	4	3	4.57	4.43	-2	4	14	6.01	6.01	3	5	7	9.68	9.68
-2	4	3	5.12	-5.44	-1	4	14	4.37	5.15	4	5	7	6.95	7.23
-1	4	3	17.29	-17.92	0	4	14	13.17	13.40	5	5	7	3.13	3.30
0	4	3	8.49	-8.49	1	4	14	4.37	-4.39	6	5	7	8.65	8.74
2	4	3	4.78	5.13	2	4	14	11.06	11.91	-7	5	8	6.72	6.72
3	4	3	21.21	21.54	4	4	14	5.63	5.69	-5	5	8	20.62	20.60
4	4	3	6.38	-6.46	1	4	15	4.12	-4.53	-4	5	8	7.04	7.04
5	4	3	-7.13	7.13	6	4	15	4.26	-4.47	-3	5	8	11.01	10.88
-7	4	4	3.54	3.63	-4	4	16	7.63	8.39	-2	5	8	2.15	2.13
-6	4	4	16.45	16.45	-2	4	16	8.78	9.03	-1	5	8	10.62	3.32
-5	4	4	6.72	-6.72	2	4	16	4.64	4.23	0	5	8	11.26	-11.36
-4	4	4	11.11	11.33	3	4	16	21.45	20.74	1	5	8	27.45	27.47
-2	4	4	24.32	24.37	4	5	0	3.99	4.05	3	5	8	26.17	26.30
-1	4	4	13.11	14.08	5	5	0	13.25	13.67	4	5	8	5.64	5.49
0	4	4	6.95	7.27	6	5	0	6.27	-5.34	5	5	8	8.93	8.43
2	4	4	26.37	27.31	7	5	0	11.51	11.66	7	5	8	6.25	6.40
3	4	4	8.63	-8.66	9	5	0	5.97	5.45	-5	5	9	2.81	2.58
4	4	4	14.73	14.41	-6	5	1	2.51	2.00	-4	5	9	4.02	-3.95
5	4	4	8.95	-8.72	-6	5	1	6.61	-6.62	0	5	9	6.66	6.66
6	4	4	7.45	7.92	-4	5	1	2.15	-2.35	1	5	9	2.32	-2.36
-4	4	5	4.37	4.75	-3	5	1	15.68	-15.72	3	5	9	4.91	5.11
-3	4	5	5.36	-5.87	-2	5	1	15.65	16.21	4	5	9	2.39	-2.62
-2	4	5	9.56	9.56	-1	5	1	9.12	6.87	-5	5	10	1.46	1.46
-1	4	5	14.76	14.74	0	5	1	12.87	13.41	-7	5	10	6.14	6.17
0	4	5	4.36	-4.30	1	5	1	13.73	13.85	-5	5	10	9.47	9.78
1	4	5	21.77	22.76	2	5	1	21.60	-22.86	-3	5	10	15.16	16.39
2	4	5	16.45	-16.78	3	5	1	6.43	-6.39	-2	5	10	6.46	6.46
3	4	5	8.73	-9.10	4	5	1	3.63	3.63	-1	5	10	30.71	31.43
4	4	5	9.33	3.35	5	5	1	4.89	-4.33	0	5	10	4.76	4.47
5	4	5	2.81	-2.68	-1	5	2	5.39	5.22	1	5	10	16.35	16.35
-10	4	6	3.82	3.45	-7	5	2	6.06	7.63	2	5	10	4.24	4.24
-8	4	6	7.44	7.94	-6	5	2	5.44	-5.37	3	5	10	6.25	7.49
-6	4	6	4.43	4.44	-5	5	2	23.37	23.69	4	5	10	3.77	-3.61
-5	4	6	2.37	3.15	-4	5	2	3.74	3.76	5	5	10	8.43	8.43
-4	4	6	21.64	21.41	-2	5	2	6.02	5.48	7	5	10	6.95	7.35
-3	4	6	7.11	7.25	0	5	2	6.56	6.26	4	5	11	3.29	3.26
-1	4	6	25.65	-26.73	1	5	2	24.16	23.85	-2	5	11	11.11	11.11
0	4	6	5.65	26.52	2	5	2	19.83	-19.66	-1	5	11	9.30	9.44
1	4	6	13.97	-14.08	3	5	2	31.35	32.34	0	5	11	3.15	-2.78
2	4	6	8.05	6.57	4	5	2	6.54	6.29	1	5	11	5.18	-5.19
3	4	6	6.54	6.54	5	5	2	19.57	19.45	3	5	11	2.49	2.31
4	4	6	24.67	24.56	6	5	2	3.28	-3.25	5	5	11	2.69	-2.22
5	4	6	11.32	9.91	7	5	2	9.46	9.66	-9	5	12	3.33	3.34
6	4	6	5.12	4.74	-5	5	3	6.23	-6.20	-7	5	12	5.22	5.22
-2	4	7	13.05	3.39	-4	5	3	9.65	9.55	-5	5	12	11.68	11.86
-2	4	7	16.42	-16.31	-3	5	3	14.65	14.57	-3	5	12	14.96	14.37
-1	4	7	4.92	-5.09	-2	5	3	12.74	-13.12	-2	5	12	4.17	4.29
0	4	7	9.13	8.95	-1	5	3	2.14	2.34	-1	5	12	11.56	11.35
4	4	7	2.44	2.41	0	5	3	19.72	-20.62	0	5	12	2.32	2.29
5	4	7	7.13	7.00	1	5	3	10.49	-10.34	1	5	12	9.31	9.37
6	4	7	6.73	6.73	2	5	3	4.21	4.46	2	5	12	7.42	-7.42
-4	4	8	6.32	6.17	3	5	3	6.61	-6.69	3	5	12	17.27	17.17
-4	4	8	12.59	12.37	4	5	3	10.73	10.79	5	5	12	6.87	6.95
-1	4	8	21.95	21.52	5	5	3	3.76	9.42	7	5	12	3.64	3.78
-1	4	8	7.12	-7.19	6	5	3	7.86	-7.37	-2	5	13	6.33	6.33
-7	4	8	3.95	3.48	-9	5	4	5.13	5.44	0	5	13	2.34	2.86

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
1	5	13	2.98	-2.94	4	6	7	2.47	+2.86	-3	7	4	27.03	27.62
2	5	13	4.92	-4.64	5	6	7	6.50	-6.37	-2	7	4	6.25	6.40
-5	5	14	7.34	7.34	-6	6	8	6.10	5.76	-1	7	4	29.23	26.27
-1	5	14	12.35	12.26	-6	6	8	11.14	11.04	0	7	4	2.18	-2.23
3	5	14	2.49	-2.54	-5	6	8	4.45	4.28	0	7	4	8.63	8.63
1	5	14	11.22	11.58	-4	6	8	9.59	9.36	2	7	4	24.83	24.83
3	5	14	7.33	7.40	-3	6	8	10.06	10.30	4	7	4	8.57	-8.11
5	9	14	3.41	3.24	-2	6	8	26.74	27.24	5	7	4	13.47	13.16
-5	5	16	6.88	5.93	-1	6	8	7.13	-7.44	7	7	4	7.03	7.47
-3	5	16	8.57	8.47	0	6	8	20.02	20.19	-5	7	5	2.45	2.38
-1	5	16	7.32	8.20	1	6	8	10.18	-10.43	-4	7	5	16.27	10.25
1	5	16	4.26	4.20	2	6	8	11.37	11.68	-1	7	5	7.33	7.47
5	5	16	4.17	4.42	3	6	8	9.69	9.73	0	7	5	6.33	-6.11
1	6	3	11.44	11.80	4	6	8	13.11	13.08	1	7	5	9.45	-3.25
2	6	3	17.14	17.29	5	6	8	8.64	8.82	2	7	5	4.36	-4.37
-3	6	3	5.57	5.81	-7	6	9	2.58	-2.91	3	7	5	5.48	5.70
4	6	3	31.75	31.84	-5	6	9	4.72	4.47	4	7	5	11.62	11.73
5	6	3	2.15	-1.91	-3	6	9	2.42	-1.79	6	7	5	2.34	-3.35
6	5	4	4.02	3.73	-2	6	9	5.32	-5.36	-7	6	8	7.78	7.58
7	6	4	3.08	-3.15	-1	6	9	7.37	7.37	-5	7	6	15.94	15.74
8	6	4	8.3	8.72	0	6	9	3.50	-3.54	-4	7	6	2.75	-2.42
-6	6	1	2.86	3.10	1	6	9	13.33	-13.44	-3	7	6	3.83	3.30
-5	6	1	3.77	3.78	2	6	9	3.08	3.71	-2	7	6	9.24	9.59
-4	6	1	6.74	-8.78	3	6	9	5.73	5.35	-1	7	6	16.85	16.76
-3	6	1	5.85	-5.75	4	6	9	2.83	2.45	0	7	6	10.83	-10.86
-2	6	1	12.63	-12.44	-6	6	10	9.43	9.86	3	7	6	17.47	16.87
-1	6	1	15.06	-15.21	-4	6	10	14.12	13.80	5	7	6	4.51	-4.51
1	6	1	11.73	11.78	-3	6	10	5.85	-5.55	7	7	6	5.45	5.84
1	6	1	8.34	8.26	-2	6	10	15.11	14.49	-5	7	7	5.65	5.64
1	6	2	16.29	-16.38	0	6	10	11.33	11.45	3	7	7	3.87	3.80
-5	5	2	10.74	10.49	1	6	16	14.58	14.77	-2	7	7	6.61	-6.51
-6	5	2	5.63	5.91	2	6	10	14.54	14.05	0	7	7	12.91	13.48
-5	5	2	5.33	4.85	3	6	10	2.69	-2.49	1	7	7	2.63	2.47
-4	5	2	23.85	24.74	4	6	10	11.68	11.68	2	7	7	5.43	5.43
-2	6	2	11.63	12.01	6	6	10	4.56	4.39	4	7	7	3.24	-2.87
-1	6	2	13.66	14.01	-5	6	11	2.94	3.08	-5	7	8	5.33	5.27
1	6	2	10.57	-10.85	-4	6	11	3.01	-2.39	-4	7	8	3.95	4.07
2	6	2	22.33	22.47	-3	5	11	4.57	-4.46	-3	8	8	21.61	21.71
3	5	2	9.31	-9.55	-2	6	11	5.93	5.78	-1	7	8	24.32	25.01
4	5	2	20.73	26.15	-1	6	11	2.63	2.75	0	7	8	4.39	-4.25
5	5	2	9.47	9.40	6	6	11	2.15	2.15	1	7	8	16.94	11.33
6	5	2	7.51	7.73	2	6	11	4.62	-5.62	2	7	8	3.12	3.12
-6	6	3	2.24	-2.56	-8	6	12	4.18	4.28	3	7	8	4.84	4.51
-5	6	3	3.12	-3.21	-3	6	12	4.12	4.01	5	7	8	14.66	15.06
-3	6	3	2.22	-2.11	3	6	12	10.55	10.55	7	7	8	15.63	15.71
-2	6	3	17.88	18.63	-1	6	12	4.37	4.53	-4	7	9	6.02	6.37
-1	6	3	3.59	3.14	0	6	12	17.33	17.24	-3	7	9	3.91	3.51
1	6	3	15.24	-16.31	1	6	12	3.18	-3.14	-2	7	9	3.43	3.43
2	6	3	6.55	6.69	2	6	12	11.55	11.17	-1	7	9	4.47	4.47
2	6	3	13.54	-13.87	4	6	12	5.91	5.90	0	7	9	4.87	-4.77
3	6	3	9.63	-9.55	-6	6	13	2.92	1.73	3	7	9	3.72	-3.84
4	6	3	4.83	4.82	-4	6	13	2.52	2.37	-5	7	10	12.84	13.11
5	6	3	4.07	4.24	-2	6	13	3.77	-3.54	-3	7	10	17.63	17.01
-6	6	4	8.52	8.21	6	6	13	6.95	-6.12	-2	7	10	4.33	4.21
-5	6	4	7.17	7.13	-2	6	14	11.53	11.59	-1	7	10	3.34	3.04
-4	6	4	10.15	10.36	-1	6	14	3.14	-3.70	0	7	10	3.67	-3.57
-3	6	4	25.39	25.56	0	6	14	7.18	7.63	1	7	16	16.17	15.42
-2	6	4	8.28	-8.26	2	6	14	8.67	8.57	3	7	10	17.61	17.11
-1	6	4	11.41	32.16	6	6	14	4.36	5.09	5	7	10	7.17	7.33
2	6	4	11.34	-11.72	4	6	15	2.72	-2.71	-6	7	11	3.11	3.42
5	5	4	24.51	25.37	2	6	16	8.83	8.68	-3	7	11	4.87	5.01
1	6	4	2.21	1.93	1	7	0	21.41	21.53	-1	7	11	3.57	-3.81
5	5	4	18.46	16.43	2	7	0	4.68	-4.19	0	7	11	6.02	5.36
3	5	4	12.24	12.47	3	7	0	26.69	27.13	2	7	11	5.17	5.17
4	6	4	22.32	22.26	5	7	0	17.11	16.81	-3	7	12	6.58	6.44
5	6	4	3.35	-3.34	7	7	0	7.05	7.75	-1	7	12	17.83	17.81
6	6	4	12.34	12.39	-7	7	1	7.40	7.40	1	7	12	15.54	15.46
8	6	4	3.68	4.60	-5	7	1	2.72	2.49	2	7	12	2.62	2.62
-6	5	5	4.32	4.32	-4	7	1	3.04	3.53	-2	7	13	7.51	7.30
-5	5	5	3.74	3.80	-2	7	1	11.92	-12.04	-1	7	13	3.76	-3.61
-4	5	5	2.54	-2.63	5	7	1	5.61	5.56	0	7	13	6.45	6.45
-3	6	5	6.36	6.14	0	7	1	7.02	-7.62	1	7	13	6.55	6.55
-2	6	5	9.12	-9.34	1	7	1	7.65	-9.36	-1	7	14	8.65	9.44
1	5	5	9.12	-9.49	3	7	1	3.61	7.44	3	7	14	8.61	8.53
2	6	5	15.21	15.91	6	7	1	5.09	-4.86	-1	7	16	5.47	5.74
5	5	5	6.65	6.27	-9	7	2	5.06	5.04	1	7	16	7.67	7.67
-8	6	6	5.14	4.54	7	7	2	10.05	9.61	-1	7	16	4.75	5.02
-6	6	6	6.53	6.38	-5	7	2	13.14	13.08	0	8	0	39.61	31.43
-5	6	6	17.02	14.13	-4	7	2	3.33	3.59	1	8	0	23.95	2.23
-4	6	6	4.22	-4.13	-3	7	2	5.49	4.70	2	8	0	20.25	20.31
-3	6	6	14.32	14.27	-2	7	2	4.53	4.81	3	8	0	2.35	2.33
-2	5	6	7.90	-8.21	0	7	2	14.57	-14.67	4	8	0	11.12	10.94
-1	6	6	21.61	21.97	2	7	2	15.56	14.83	5	8	0	2.72	2.72
1	6	6	28.44	29.80	4	7	2	21.43	21.28	6	8	0	14.55	14.58
5	5	6	1.03	-1.13	5	7	2	5.93	5.46	8	8	0	2.75	2.66
6	5	6	39.54	36.15	7	7	2	9.72	10.37	-5	8	1	5.41	5.41
3	5	6	7.33	7.61	-8	7	3	8.77	-9.23	-4	8	1	2.75	-2.42
4	5	6	12.45	-12.07	-3	7	3	6.73	-6.54	-3	1	11	11.07	11.07
6	5	6	7.87	7.98	-2	7	3	11.01	11.17	-1	8	1	2.45	2.42
7	5	6	3.11	-3.11	-1	7	3	12.83	12.78	0	8	1	8.41	-8.41
8	5	6	4.35	5.12	0	7	3	17.40	17.40	0	9	1	17.63	-18.67
-5	5	7	4.73	4.85	2	7	3	13.41	-13.67	1	9	1	1.97	2.11
-3	5	7	13.33	-10.68	3	7	3	4.05	4.14	4	8	1	11.28	11.21
-2	5	7	3.59	4.63	7	7	3	3.74	-3.42	5	8	1	2.61	-1.87
-1	5	7	8.67	8.43	5	7	3	3.74	-3.78	-6	8	1	2.55	6.41
5	5	7	2.41	2.42	-6	7	4	4.69	4.47	-5	8	2	11.51	11.51
7	5	7	7.31	-7.53	-5	7	4	18.43	18.33	-5	8	2	16.36	16.44
3	5	7	6.31	6.73	-4	7	4	5.72	-5.57	-4	8	2	13.48	13.28

	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-3	1	2	12.35	-12.72	4	8	17	6.54	6.72	2	3	10	7.42	-3.51	-3.51
-7	0	2	33.74	-34.55	-8	14	3.43	3.43	6	9	10	3.82	3.43	3.43	3.43
-1	0	2	-3.31	-3.31	-5	8	14	4.72	4.72	3	14	6.35	6.35	6.35	6.35
0	0	2	19.27	19.67	-2	3	14	7.25	7.25	7	3	14	3.71	3.71	3.71
1	1	2	4.37	-4.05	0	8	14	9.61	11.10	-2	5	13	3.15	2.49	2.49
2	1	2	25.69	26.18	1	15	3.93	3.93	1	9	14	4.31	4.31	4.31	4.31
3	0	2	9.70	9.70	-1	8	16	3.45	-3.45	2	13	7.13	6.77	6.77	6.77
4	0	2	16.08	16.43	-4	16	5.24	4.54	-5	9	12	6.57	5.74	5.74	5.74
5	0	2	4.75	-4.59	-7	8	20	3.54	3.72	-3	9	12	9.12	4.53	4.53
6	0	2	12.47	12.55	3	0	4	6.04	5.74	-1	3	12	5.43	5.43	5.43
8	0	2	4.71	4.25	3	9	6	4.42	5.74	-1	3	12	5.43	5.43	5.43
-4	0	3	3.71	-3.62	4	9	6	3.87	-3.75	3	12	6.22	6.13	6.13	6.13
-2	0	3	16.37	-16.70	5	9	0	10.67	11.57	-1	4	14	6.39	9.4	9.4
-1	0	3	6.23	-7.37	-4	9	1	2.49	-2.49	3	14	2.08	12.71	12.71	12.71
0	0	3	13.65	14.22	-5	9	1	3.91	-2.50	5	16	4.05	5.41	5.41	5.41
1	0	3	7.32	7.42	-4	9	1	2.03	-2.17	1	3	19	6.46	5.41	5.41
2	0	3	6.22	6.24	-3	9	1	9.32	9.13	-1	3	20	3.63	4.4	4.4
3	0	3	6.25	-6.51	-2	9	1	11.72	11.77	0	13	6	11.56	11.56	11.56
4	0	3	5.17	-5.40	-1	9	1	6.34	-6.13	1	13	0	10.75	10.75	10.75
5	0	3	4.53	-4.45	0	9	1	4.81	4.45	2	13	0	15.31	27.7	27.7
6	0	3	4.42	4.42	2	1	1	8.55	-9.49	4	13	0	6.94	6.77	6.77
-6	0	4	13.90	13.45	4	3	1	3.04	-2.14	6	13	0	11.56	11.56	11.56
-5	0	4	3.39	-3.44	5	9	1	5.80	0.16	7	13	7	5.22	-3.27	-3.27
-4	0	4	19.93	20.41	6	9	1	5.31	5.03	8	13	0	6.24	2.77	2.77
-3	0	4	4.10	-4.46	-9	9	2	7.11	3.47	-5	12	1	7.91	7.91	7.91
-2	0	4	20.85	21.27	-7	9	2	6.44	6.31	-4	13	1	6.24	-4.63	-4.63
-1	0	4	15.37	15.35	-5	9	2	8.17	7.80	-3	13	1	6.24	5.77	5.77
0	0	4	16.87	16.87	3	9	2	3.47	-3.21	-1	12	1	7.93	8.12	8.12
1	0	4	29.03	29.33	-3	9	2	29.13	29.07	0	14	1	7.44	7.44	7.44
2	0	4	13.34	-13.32	-2	9	2	2.46	2.49	1	17	1	2.37	-2.47	-2.47
3	0	4	12.70	12.18	-1	9	2	14.07	14.06	3	17	1	2.16	1.47	1.47
4	0	4	16.44	16.55	0	9	2	3.13	3.12	4	13	4	4.78	4.78	4.78
5	0	4	4.27	4.56	1	9	2	10.65	10.64	5	12	3	2.02	-2.13	-2.13
-5	0	5	5.43	-5.43	2	9	2	3.27	2.55	7	12	1	3.55	3.55	3.55
-4	0	5	3.52	3.78	4	9	2	16.82	16.53	-3	12	2	2.57	3.64	3.64
-3	0	5	11.12	11.77	5	9	2	3.15	3.15	-1	12	2	1.47	12.4	12.4
-2	0	5	2.73	2.45	6	9	2	2.67	2.45	-5	12	2	6.72	6.72	6.72
-1	0	5	7.04	-6.67	8	9	2	3.67	4.30	-4	12	2	11.94	11.94	11.94
1	0	5	1.93	-1.93	-6	9	3	5.34	5.43	-1	12	2	16.22	16.22	16.22
2	0	5	7.05	-8.30	-4	9	3	3.05	3.22	-2	12	2	7.45	7.45	7.45
3	0	5	7.12	-7.15	-2	9	3	7.12	-7.15	-1	12	2	11.55	11.55	11.55
4	0	5	3.38	3.51	-1	9	3	3.17	-3.17	0	12	2	21.22	21.22	21.22
5	0	5	5.21	4.12	0	9	3	10.22	-17.43	2	12	2	10.72	-10.72	-10.72
-8	0	6	5.01	5.16	1	9	3	6.38	6.41	3	12	2	11.43	11.43	11.43
-5	0	6	12.61	12.13	2	9	3	15.37	15.37	4	12	2	11.43	11.43	11.43
-4	0	6	3.57	3.25	3	9	3	1.15	1.15	5	12	2	7.17	7.17	7.17
-3	0	6	9.32	6.75	-7	9	4	12.17	11.13	6	12	2	7.17	7.17	7.17
-2	0	6	7.23	7.71	-5	9	4	8.44	8.44	-5	12	3	2.82	-2.82	-2.82
-1	0	6	20.81	21.15	-3	9	4	17.72	17.75	-4	12	3	4.42	4.42	4.42
0	0	6	13.63	-13.13	-2	9	4	9.25	9.26	-5	12	3	7.94	7.94	7.94
0	0	6	28.42	29.45	-1	9	4	8.54	8.47	-3	12	3	7.12	7.12	7.12
1	0	6	19.16	19.73	0	9	4	4.57	-4.78	0	12	3	6.81	6.81	6.81
2	0	6	5.24	5.24	3	9	4	12.59	12.55	1	12	3	5.31	-5.31	-5.31
3	0	6	9.23	8.46	5	9	4	6.24	7.47	2	12	3	7.24	7.24	7.24
4	0	6	4.26	4.05	9	9	4	4.22	4.37	3	12	3	7.31	7.31	7.31
5	0	6	9.28	9.59	4	9	5	8.46	-5.42	4	12	3	6.17	6.17	6.17
-3	0	7	3.14	3.26	-3	9	5	2.49	-2.75	-5	12	4	6.17	6.17	6.17
-1	0	7	6.37	-6.63	-2	9	5	14.24	14.78	-6	12	4	6.17	6.17	6.17
0	0	7	7.23	-7.48	-1	9	6	4.94	5.12	-4	12	4	12.79	12.79	12.79
1	0	7	1.94	-1.91	0	9	6	6.12	6.12	-2	12	4	6.15	6.15	6.15
2	0	7	15.56	15.53	3	9	6	2.48	-2.48	-1	12	4	12.44	12.44	12.44
3	0	7	2.87	-2.64	4	9	6	8.24	-8.42	-1	12	4	13.47	-13.47	-13.47
4	0	7	5.24	4.97	6	9	6	3.74	4.48	0	12	4	21.33	21.33	21.33
-7	0	8	4.28	4.14	-9	9	6	3.65	2.45	1	12	4	4.25	4.25	4.25
-6	0	8	9.72	9.32	-7	9	6	8.65	6.15	2	12	4	12.44	12.44	12.44
-4	0	8	13.08	12.85	-5	9	6	2.44	-2.44	3	12	4	5.78	5.78	5.78
-3	0	8	4.65	-4.31	-4	9	6	3.75	2.59	4	12	4	11.77	11.77	11.77
-2	0	8	19.97	20.19	-3	9	6	25.13	25.19	6	12	4	5.78	5.78	5.78
-1	0	8	5.03	4.36	-2	9	6	5.77	-5.61	7	12	4	2.41	2.41	2.41
0	0	8	13.39	13.35	-1	9	6	21.17	21.23	8	12	4	4.66	4.66	4.66
1	0	8	13.30	13.30	1	9	6	16.13	15.95	-2	12	5	14.71	-14.71	-14.71
2	0	8	12.95	13.09	3	9	6	6.42	6.12	-1	12	5	6.42	6.42	6.42
3	0	8	5.16	-5.14	5	9	6	12.57	12.45	0	12	5	12.35	12.35	12.35
4	0	8	14.08	13.55	7	9	6	6.03	6.26	2	12	5	3.45	3.45	3.45
5	0	8	7.23	7.19	-4	9	6	7.45	7.45	3	12	5	2.65	2.65	2.65
-4	0	9	5.35	-5.36	-2	9	7	3.73	3.77	-8	12	6	4.35	4.35	4.35
-2	0	9	12.78	13.07	-1	9	7	2.12	2.14	-6	12	6	4.47	4.47	4.47
1	0	9	2.85	-2.83	3	9	7	13.45	-12.45	-3	12	6	15.39	15.39	15.39
2	0	9	2.52	-2.45	1	9	7	4.72	-4.68	3	12	6	12.44	12.44	12.44
3	0	9	4.75	4.71	2	9	7	9.65	8.72	-2	12	6	11.51	11.51	11.51
3	0	9	4.31	4.33	4	9	7	3.24	3.10	6	12	6	14.41	14.41	14.41
-5	0	10	5.26	-5.17	-7	9	8	8.66	8.41	1	12	6	8.15	8.15	8.15
-6	0	10	6.81	6.62	-5	9	8	11.35	11.35	7	12	6	7.62	7.62	7.62
-4	0	10	13.01	12.70	2	9	8	4.94	-5.18	3	12	6	4.41	-4.41	-4.41
-3	0	10	5.51	4.45	3	9	8	16.11	15.42	4	12	6	13.40	12.45	12.45
1	0	10	13.63	13.76	5	9	8	7.43	7.48	6	12	6	5.07	5.03	5.03
0	0	10	13.46	13.46	-3	9	8	12.00	12.19	6	12	6	3.41	4.16	4.16
1	0	10	7.91	-8.02	-1	9	8	5.44	5.10	-2	12	7	6.45	7.17	7.17
2	0	10	14.26	13.63	0	9	8	6.27	6.05	0	12	7	3.41	3.70	3.70
-2	0	11	2.33	2.87	1	9	8	18.15	18.15	2	12	7	12.13	-12.53	-12.53
-1	0	11	2.41	2.59	-2	9	9	4.11	-4.62	4	12	7	5.81	6.14	6.14
0	0	11	6.37	-6.32	-1	9	9	4.90	-4.59	-6	12	8	7.62	7.62	7.62
1	0	11	4.51	4.51	0	9	9	8.54	8.54	-4	12	8	11.79	11.79	11.79
-4	0	12	16.57	16.41	4	9	9	3.44	-3.34	-3	12	8	2.67	2.69	2.69
-2	0	12	4.44	8.32	-7	9	10	5.29	5.43	-2	12	8	5.61	5.65	5.65
-1	0	12	3.55	-3.47	-4	9	10	3.67							

	H	K	L	FC	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-3	10	9	3.64	6.07	-2	11	13	3.39	3.92	-4	13	4	5.57	-5.27	
-2	10	9	9.51	-9.17	-1	11	14	3.73	4.76	-3	13	4	4.73	4.56	
2	10	9	4.44	4.35	0	12	0	13.20	13.40	-2	13	4	3.96	3.39	
4	10	9	4.29	3.96	1	12	0	5.36	-5.61	-1	13	4	15.50	15.20	
-4	10	11	6.66	6.18	1	12	0	8.79	8.70	0	13	4	3.72	3.58	
-3	10	10	4.62	-4.03	3	12	0	5.67	-5.25	1	13	4	12.80	12.78	
-2	10	10	12.07	15.30	4	12	0	19.17	18.16	3	13	4	12.03	11.77	
0	10	10	2.53	2.58	12	0	3.46	3.44	3.44	5	13	4	5.27	-5.27	
1	10	10	12.05	11.97	6	12	0	3.63	3.58	5	13	4	4.42	5.23	
2	10	10	9.81	9.80	8	12	0	4.49	4.32	7	13	4	3.93	4.75	
4	10	10	5.01	4.68	-2	12	1	4.47	4.57	-3	13	5	3.43	3.41	
5	10	10	5.84	5.91	0	13	1	6.16	-6.31	0	13	5	6.81	7.24	
0	12	11	10.02	9.70	1	12	1	4.68	4.47	1	13	5	7.85	-7.39	
0	12	12	4.73	6.31	2	12	1	2.37	2.50	2	13	5	3.24	-3.52	
2	12	12	10.30	10.62	3	12	1	3.10	2.67	3	13	5	3.52	3.55	
-1	12	16	3.46	3.66	-0	12	2	5.39	5.74	-7	13	6	3.05	3.70	
-2	12	20	2.94	2.76	-6	12	2	5.37	5.17	-6	13	6	3.41	2.93	
1	11	0	8.34	6.19	-5	12	2	3.94	3.82	-5	13	6	6.66	5.70	
2	11	0	3.52	3.69	-4	12	2	12.25	12.13	-3	13	6	11.54	11.22	
3	11	0	22.91	23.31	-1	12	2	8.61	-8.94	-2	13	6	4.20	3.35	
5	11	0	12.72	12.39	0	12	2	25.44	26.19	-1	13	6	15.12	15.20	
6	11	0	2.67	-2.56	2	12	2	13.66	13.61	0	13	6	5.45	-5.36	
-3	11	1	3.11	-3.19	3	12	2	6.68	8.58	1	13	6	4.49	3.06	
-2	11	1	12.35	-12.75	4	12	2	7.21	6.92	3	13	6	7.34	7.61	
-1	11	1	3.58	3.77	-4	12	3	5.28	-4.83	5	13	6	7.34	7.76	
1	11	1	7.21	7.35	-3	12	3	5.46	5.31	3	13	6	2.83	3.15	
1	11	1	3.23	3.06	-2	12	3	3.13	2.68	1	13	7	4.63	4.65	
2	11	1	3.77	-3.67	-1	12	3	3.72	3.63	-7	13	8	4.78	4.10	
4	11	1	2.83	2.81	2	12	3	5.92	5.72	-3	13	8	9.87	10.19	
6	11	1	3.43	3.43	3	12	3	5.12	-4.35	2	13	8	3.18	4.25	
-7	11	2	8.07	8.11	-5	12	4	3.86	4.23	-1	13	9	3.55	3.22	
-5	11	2	10.32	10.28	-6	12	4	4.13	4.46	1	13	8	13.37	13.30	
-4	11	2	2.55	2.60	-4	12	4	12.55	12.61	5	13	8	5.45	5.73	
3	11	2	5.17	4.61	-3	12	4	2.36	-2.95	1	13	10	7.82	9.42	
-1	11	2	18.23	16.37	-2	12	4	13.47	13.21	5	13	10	4.75	5.21	
0	11	2	9.36	9.54	-1	12	4	4.30	9.20	7	13	10	2.86	2.76	
1	11	2	24.38	25.23	0	12	4	12.25	13.11	-5	13	12	3.52	3.62	
2	11	2	10.90	-10.83	2	12	4	4.11	3.95	3	13	12	3.98	4.05	
3	11	2	13.50	12.79	4	12	4	9.23	9.52	0	14	0	17.16	17.13	
5	11	2	4.66	5.52	5	12	4	3.79	-3.81	1	14	0	4.32	-4.31	
7	11	2	5.85	6.66	6	12	4	7.14	7.52	2	14	0	12.43	12.43	
9	11	2	3.46	4.13	-5	12	5	4.43	4.34	3	14	0	3.94	3.84	
-6	11	3	3.81	-3.32	-2	12	5	7.33	7.78	6	14	0	3.06	3.33	
-5	11	3	3.37	3.37	-1	12	5	2.63	-2.63	6	14	0	5.95	5.95	
-1	11	3	5.59	-5.48	0	12	5	4.60	-4.31	8	14	0	4.58	3.70	
0	11	3	4.31	4.50	2	12	5	2.03	-2.16	-2	14	1	2.65	-2.31	
2	11	3	8.43	-8.46	3	12	5	4.85	4.53	0	14	1	6.71	7.21	
3	11	3	2.37	-2.37	-8	12	5	3.67	3.67	-3	14	2	3.67	-3.67	
4	11	3	2.61	2.13	-6	12	6	5.92	5.87	-6	14	2	5.01	5.32	
5	11	3	3.61	3.52	-5	12	6	3.06	3.20	-4	14	2	10.19	9.55	
-9	11	4	3.78	3.61	-4	12	6	7.31	7.11	-2	14	2	15.33	15.63	
-7	11	4	5.77	5.77	-2	12	6	9.55	9.55	-1	14	2	3.64	3.76	
-5	11	4	7.93	7.11	0	12	6	10.73	11.44	0	14	2	3.21	3.11	
-4	11	4	5.81	5.64	1	12	6	6.88	-6.86	1	14	2	2.85	-2.65	
-3	11	4	24.25	19.85	2	12	6	14.74	14.15	2	14	2	3.73	3.42	
-2	11	4	6.43	-6.45	3	12	6	5.12	4.98	3	14	2	2.21	2.21	
-1	11	4	24.84	25.48	4	12	6	7.41	7.73	4	14	2	9.35	9.80	
0	11	4	2.93	3.15	-3	12	7	5.63	-5.46	6	14	2	6.69	7.25	
1	11	4	4.59	4.59	-2	12	7	6.75	-6.75	-2	14	3	3.53	3.47	
2	11	4	5.03	-4.26	-1	12	7	10.99	10.01	-1	14	3	6.95	-6.51	
3	11	4	13.46	13.04	2	12	7	4.43	3.51	1	14	3	5.84	5.70	
4	11	4	5.74	5.58	-2	12	8	11.64	11.42	2	14	3	4.58	-4.69	
5	11	4	12.29	13.07	0	12	8	6.03	8.24	-6	14	4	8.12	8.02	
7	11	4	5.31	6.28	2	12	8	9.63	9.74	-5	14	4	3.63	3.23	
-4	11	5	6.81	7.02	-1	12	9	3.38	3.47	-2	14	4	5.07	4.81	
-2	11	5	4.85	-4.49	0	12	9	4.20	4.53	-2	14	4	9.96	10.25	
-1	11	5	2.95	-3.14	1	12	9	6.01	-7.78	-1	14	4	2.57	-2.65	
0	11	5	4.71	-4.63	3	12	9	5.23	5.66	0	14	4	9.46	8.50	
1	11	5	8.13	8.11	-6	12	10	7.01	6.75	1	14	4	2.77	3.04	
2	11	5	6.25	5.97	-1	12	11	3.22	3.54	2	14	4	16.73	16.40	
3	11	5	3.68	-3.85	-2	12	12	9.03	10.40	4	14	4	4.65	-4.65	
-7	11	6	6.42	5.64	0	12	12	5.02	7.05	6	14	4	4.32	4.52	
-5	11	6	12.48	12.45	1	13	0	16.54	16.33	-5	14	5	3.92	-3.72	
-3	11	6	16.47	16.36	2	13	0	9.48	-9.17	2	14	5	1.15	1.15	
-1	11	6	15.50	15.20	3	13	0	10.61	9.86	-1	14	5	2.83	-2.83	
0	11	6	6.06	5.91	5	13	0	5.32	5.45	1	14	5	3.65	3.62	
1	11	6	15.36	15.09	7	13	0	6.29	6.33	3	14	5	4.47	-5.02	
3	11	6	19.61	19.15	-5	13	1	4.37	9.04	-4	14	6	3.76	-3.76	
5	11	6	4.40	4.61	-4	13	1	5.45	-5.76	-4	14	6	5.13	4.79	
7	11	6	4.21	4.36	-3	13	1	3.21	-3.15	-2	14	6	16.12	15.63	
-1	11	7	6.67	6.08	-2	13	2	7.43	7.36	1	14	6	7.99	8.01	
0	11	7	10.09	10.29	1	13	1	3.50	-3.35	1	14	6	3.08	3.18	
4	11	7	4.73	-4.76	3	13	1	2.76	2.49	2	14	6	8.36	8.73	
-5	11	8	16.33	16.47	-7	13	2	3.35	3.50	6	14	6	5.65	6.32	
-3	11	8	8.13	7.13	-5	13	2	9.48	9.57	1	14	6	6.41	6.34	
-1	11	8	18.63	19.60	-3	13	2	12.14	11.79	-2	14	8	7.84	7.34	
1	11	8	8.64	8.47	-2	13	2	5.24	-4.78	0	14	8	8.14	7.92	
3	11	8	16.63	16.33	-1	13	2	14.37	14.80	-2	14	8	9.06	9.25	
5	11	8	9.12	5.51	0	13	2	6.36	-6.48	-2	14	10	6.07	6.17	
-2	11	9	4.44	4.51	1	13	2	6.87	6.31	0	14	10	6.11	8.70	
-1	11	9	2.54	-2.37	2	13	2	5.37	5.24	0	14	10	4.40	5.15	
0	11	9	7.31	-7.02	3	13	2	14.32	15.18	1	15	0	11.73	11.46	
2	11	9	4.37	-4.29	5	13	2	6.83	6.47	2	15	0	3.26	3.26	
-5	11	10	16.13	10.27	7	13	2	5.13	5.75	3	15	0	6.28	6.38	
-1	11	11	12.98	12.46	-3	13	3	5.87	-5.59	5	15	0	5.33	5.33	
4	11	11	2.09	2.49	-1	13	3	5.24	5.15	7	15	0	3.03	3.38	
4	11	11	8.30	7.41	0	13	3	4.63	-4.80	-1	15	1	2.47	-2.4>-	

M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC
-7	15	2	4.73	4.16	0	16	6	12.05	12.25	1	15	4	3.57	-3.43
-5	15	2	5.25	5.18	2	16	6	6.37	7.35	2	14	4	4.62	4.55
-3	15	2	9.31	8.89	4	16	6	5.73	5.16	4	14	4	2.87	2.99
-2	15	2	4.28	4.68	-4	15	8	5.47	5.34	-1	18	5	3.67	2.54
-1	15	2	7.73	7.70	-2	16	8	7.17	8.10	-4	14	6	5.43	5.57
1	15	2	10.63	10.55	4	16	8	4.34	4.34	-2	15	6	6.76	6.61
3	15	2	4.49	4.57	-2	16	10	3.14	3.78	6	10	6	3.13	2.88
5	15	2	6.77	7.32	2	16	10	5.35	6.32	-4	18	4	3.54	3.56
-3	15	3	4.72	4.11	1	17	0	7.29	7.79	-2	14	10	4.03	4.54
-2	15	3	2.34	2.22	3	17	0	5.26	5.15	1	19	0	5.43	5.01
-1	15	3	3.72	-3.62	5	17	0	5.17	5.08	3	19	0	5.96	6.07
1	15	4	3.51	-3.50	-4	17	1	3.25	-3.35	-3	19	1	2.65	-3.62
-5	15	4	4.85	4.31	-2	17	1	2.78	-2.79	-1	19	1	3.77	3.50
-3	15	4	11.68	11.03	0	17	1	4.76	4.60	-5	19	2	4.66	4.50
-1	15	4	3.73	3.60	-1	17	1	4.68	-4.55	-1	19	2	4.37	4.27
0	15	4	3.76	-3.71	-7	17	2	3.44	3.15	1	19	2	4.15	4.55
1	15	4	9.63	10.15	-5	17	2	4.26	3.88	3	19	2	5.79	5.85
3	15	4	5.37	5.51	-3	17	2	6.16	6.29	-5	19	4	3.91	3.11
5	15	4	4.68	5.38	-2	17	2	3.56	-3.10	-1	19	4	8.11	7.51
-2	15	5	5.71	5.70	-1	17	2	6.26	6.18	1	19	4	5.14	4.51
1	15	5	2.72	2.55	0	17	2	3.09	2.50	-5	19	6	3.32	3.39
-3	15	6	6.72	6.48	1	17	2	7.55	7.45	-3	19	6	5.83	5.26
1	15	6	11.21	12.32	3	17	2	5.17	5.78	-1	19	6	4.97	4.62
5	15	8	4.03	5.10	-4	17	3	3.27	3.42	2	20	0	4.79	4.43
0	16	0	5.29	5.25	1	17	3	4.17	4.26	4	20	0	3.33	3.26
2	16	0	9.33	9.33	-5	17	4	4.48	4.48	-6	20	2	3.92	2.87
4	16	0	6.53	6.07	-3	17	4	6.34	5.86	-8	20	2	6.15	2.65
6	16	4	5.73	4.56	-1	17	4	6.08	5.82	-2	20	2	2.93	2.72
-3	16	1	3.70	-2.92	1	17	4	6.12	6.46	0	20	2	4.60	4.33
-1	16	1	4.67	-4.60	-2	17	4	3.47	-3.23	-2	20	2	3.92	2.61
3	16	1	4.09	4.06	3	17	4	3.47	4.25	-2	20	4	5.83	5.56
-6	16	2	5.20	5.27	6	17	4	2.93	2.81	2	20	4	3.16	3.45
-4	16	2	2.65	2.80	-5	17	4	5.64	4.91	-3	20	4	3.16	2.23
-2	16	2	9.81	9.55	-1	17	6	6.37	7.42	-2	21	6	4.22	3.76
0	16	2	9.62	9.38	1	17	6	3.97	3.65	-2	21	6	3.43	3.17
2	16	2	7.93	6.11	3	17	6	5.52	5.81	1	21	6	3.05	3.29
4	16	2	6.75	6.30	-3	17	8	2.77	2.66	3	21	6	3.50	2.26
-3	16	3	3.32	-3.29	0	17	9	2.37	2.64	-5	21	2	3.82	3.14
-2	16	3	3.69	-4.00	-5	17	10	4.56	4.35	1	21	2	3.93	3.65
-1	16	3	6.63	6.35	0	18	0	9.70	9.39	3	21	2	2.86	2.73
-8	16	4	2.61	3.16	2	18	0	3.77	3.47	3	21	2	3.73	3.78
-4	16	4	9.55	8.62	4	18	0	4.72	4.60	-1	21	4	3.12	3.05
-3	16	4	2.87	2.95	-1	18	1	4.12	3.82	0	22	0	4.33	4.25
-2	16	4	16.12	10.10	2	18	2	6.47	6.21	2	22	0	3.12	3.04
0	16	4	6.67	7.10	-2	18	2	4.28	3.58	-2	22	2	3.63	2.94
2	16	4	4.78	5.29	0	18	2	5.12	5.50	-4	22	4	3.27	2.94
4	16	4	8.46	8.83	4	18	2	5.63	6.13	0	22	6	3.94	3.71
2	16	5	3.82	3.44	-4	18	4	3.92	3.33	-1	23	6	3.67	2.79
-6	16	6	4.75	4.63	-2	18	4	4.22	4.06	0	23	6		
-4	16	6	7.41	7.13	0	18	4	5.46	6.44					

vor dem letzten least-squares- Zyklus ausgesonderte
Reflexe:

M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC
-4	3	2	46.64	43.73	-2	2	2	27.03	24.93	-1	4	2	23.61	-24.21
-2	0	2	37.53	37.39	-1	2	2	33.71	34.30	2	4	2	33.57	31.35
0	3	2	32.72	32.57	3	2	2	44.63	51.70	0	4	2	23.33	22.33
4	3	2	47.97	45.55	2	2	2	44.09	45.79	0	4	4	43.78	43.73
-1	0	3	27.44	-27.59	-1	2	3	26.76	25.62	-2	4	6	37.83	35.63
1	3	3	8.47	-4.43	-2	2	4	43.57	52.34	1	5	0	48.33	56.31
0	4	4	46.62	47.51	-1	2	4	20.64	-19.15	-3	5	2	31.62	26.73
2	2	4	49.53	51.74	0	2	6	32.23	30.18	-1	5	2	29.06	26.44
-1	0	5	29.35	27.94	2	2	6	41.76	39.86	-1	5	4	35.44	33.22
-2	0	6	41.75	41.47	-2	3	6	30.75	28.06	0	6	4	37.63	36.32
4	3	6	31.41	27.54	1	3	0	33.82	31.55	-3	5	6	26.69	24.28
1	1	6	46.77	45.77	3	3	1	38.53	36.27	-1	5	6	35.18	32.39
2	1	6	32.37	30.93	-1	3	1	24.03	-22.25	0	6	6	34.72	33.37
-3	1	7	32.21	29.65	1	1	7	29.00	-27.62	0	6	1	31.46	29.65
-2	1	2	33.36	32.35	1	3	2	50.14	73.77	0	6	2	43.39	42.73
-1	1	2	30.36	31.57	1	3	3	26.66	24.76	2	7	1	24.87	22.61
3	1	2	37.70	35.43	-3	3	4	43.93	42.44	-1	7	2	40.55	38.26
-2	1	3	31.65	-30.83	-1	3	4	30.72	29.03	1	7	2	26.35	26.41
-1	1	4	34.66	39.07	1	3	4	35.47	33.02	1	7	6	36.44	33.43
0	1	4	46.04	-39.67	0	3	5	19.48	-18.07	1	8	0	31.13	28.41
1	1	1	31.73	30.11	3	4	0	35.96	36.91	1	8	4	33.73	31.36
3	1	4	30.43	27.63	0	4	0	24.45	27.36	0	12	10	6.34	8.20
-3	1	5	23.37	-21.46	2	4	0	40.06	38.42	-1	13	16	5.35	8.15
-1	1	6	41.65	46.57	-1	4	1	33.00	30.69	0	16	12	4.72	5.40
2	7	0	44.31	44.32	-2	4	2	34.75	32.32	-3	17	3	3.62	-2.13
										-1	17	8	5.79	6.65

8.6. Strukturfaktoren des CsCd(SCN)₃

H	K	L	F0	FC	H	K	L	F0	FC	H	K	L	F0	FC
2	1	2	11.46	10.30	1	2	10	4.92	4.64	2	3	10	30.12	3.0.07
2	3	3	14.11	12.50	1	3	14	4.52	-3.07	2	3	14	9.61	9.0.37
0	1	1	21.53	20.44	1	3	16	6.97	-7.22	2	3	16	8.61	7.9.3
0	3	12	9.15	9.04	1	3	12	12.37	-13.33	2	1	10	6.11	-6.0.3
0	3	14	11.55	12.11	1	3	12	7.43	-7.60	2	1	9	5.21	5.0.1
0	3	15	4.21	4.37	1	3	6	15.13	-14.52	2	1	-7	14.94	-15.42
0	3	15	4.07	3.85	1	3	-5	7.61	-7.57	2	1	-6	7.62	7.3.4
0	1	1	9.98	11.53	1	1	-4	20.32	-21.39	2	-6	19	19.36	21.17
0	1	4	5.32	5.85	1	4	4	4.31	-4.25	2	1	-1	12.77	-11.5.7
0	1	7	14.73	-14.60	1	3	1	17.33	-17.25	2	1	-3	14.52	-14.2.8
0	1	9	4.24	4.16	1	3	3	8.34	9.01	2	1	-2	6.52	-6.6.9
0	1	10	4.44	-4.42	1	4	17.85	-17.33	2	1	-1	12.72	4.3.3	
0	2	1	6.65	-6.43	1	3	5	5.15	-4.78	2	1	2	15.76	-15.6.8
0	2	2	16.42	-17.75	1	3	6	26.46	-13.53	2	1	3	15.21	-14.9.4
0	2	6	19.14	19.52	1	3	7	11.63	-11.16	2	1	4	7.92	-7.5.2
0	2	8	4.52	4.17	1	3	8	21.74	-22.49	2	1	5	21.30	22.5.9
0	2	10	13.13	19.75	1	1	9	7.03	6.82	2	1	7	25.44	-26.2.4
0	2	13	4.83	4.33	1	3	10	4.64	-4.47	2	1	8	4.15	4.3.4
0	2	14	8.79	8.80	1	3	12	17.22	-18.13	2	1	9	14.57	14.0.2
0	3	15	5.13	5.02	1	3	16	5.35	-5.17	2	1	13	4.59	4.4.57
0	3	1	3.61	3.43	1	4	7	4.57	-4.14	2	-16	6.54	4.4.3	
0	3	2	7.52	-7.13	1	4	-6	7.77	7.36	2	-14	9.37	9.7.9	
0	3	3	3.93	3.44	1	4	-5	17.53	-18.35	2	-13	4.68	4.1.1	
0	3	6	4.35	-4.10	1	4	-6	7.77	-7.42	2	-12	4.41	4.4.1	
0	3	7	16.37	-17.22	1	4	-3	19.38	-20.71	2	-9	7.25	-7.4.6	
0	3	4	5.32	5.43	1	4	-2	8.82	8.85	2	-8	8.43	9.1.4	
0	3	9	11.12	11.51	1	4	-1	14.58	15.04	2	-7	11.22	11.2.2	
0	4	1	7.30	-6.85	1	4	1	12.07	11.54	2	-5	6.73	7.2.6	
0	4	2	6.74	6.12	1	4	3	11.34	-10.81	2	-3	10.41	-10.3.4	
0	4	3	8.34	8.13	1	4	4	9.35	8.44	2	-2	12.76	13.7.9	
0	4	6	9.79	9.76	1	4	5	20.17	19.48	2	-1	12.42	12.4.2	
0	4	8	6.04	6.24	1	4	7	3.64	-3.25	2	-2	5.06	-5.5.7	
0	4	9	4.33	4.33	1	4	8	6.11	6.00	2	-5	4.32	2.3.6	
0	4	14	8.07	8.23	1	4	9	7.34	7.27	2	-6	17.57	16.1.5	
0	4	16	4.53	4.91	1	5	-16	5.25	-5.07	2	-7	7.47	7.4.7	
0	5	2	4.03	-3.89	1	5	-12	8.81	-9.79	2	-8	7.40	6.3.7	
0	5	3	9.73	-9.45	1	5	-10	4.63	-4.71	2	-10	22.39	22.7.6	
0	5	4	8.73	8.23	1	5	-9	4.58	-4.86	2	-14	9.63	9.1.7	
0	5	5	7.77	7.40	1	5	-3	11.35	-12.34	2	-13	4.38	4.3.1	
0	5	6	10.36	-9.33	1	5	-7	6.24	6.84	2	-10	4.77	-4.3.4	
0	5	7	12.34	-13.31	1	5	-6	6.41	-6.29	2	-9	5.57	5.1.4	
0	5	9	6.25	6.14	1	5	-4	10.59	-10.59	2	-7	12.55	-12.7.7	
0	5	10	26.11	26.60	1	5	-3	7.37	-7.65	2	-6	8.42	8.4.2	
0	5	1	9.57	-8.85	1	5	-1	10.65	10.68	2	-5	13.45	13.4.2	
0	5	2	5.26	5.03	1	5	-2	8.87	-8.71	2	-4	12.57	12.5.7	
0	6	3	7.17	6.38	1	5	2	28.25	-28.95	2	-3	17.72	-10.3.4	
0	6	4	17.87	17.70	1	5	4	6.81	-6.10	2	-1	9.43	10.2.7	
0	6	6	12.43	12.29	1	5	6	11.53	-11.57	2	3	6.21	5.3.5	
0	6	7	6.53	6.63	1	5	8	16.21	-15.30	2	4	8.52	8.5.2	
0	6	9	4.02	4.25	1	5	11	4.76	-5.06	2	5	7.75	7.7.2	
0	6	10	10.72	10.49	1	5	12	10.47	-9.37	2	3	19.69	-15.5.0	
0	5	14	6.57	6.50	1	5	16	4.02	-4.06	2	4	4.02	4.0.4	
0	7	1	9.23	-9.32	1	6	-8	4.87	-5.08	2	5	28.6	28.6.4	
0	7	3	9.07	-8.73	1	6	-7	6.95	-7.05	2	3	7.26	7.2.6	
0	7	4	8.54	8.32	1	6	-6	6.33	6.65	2	3	11.61	-10.5.7	
0	7	5	5.35	5.37	1	6	-5	5.84	5.77	2	3	5.72	5.7.2	
0	7	6	9.24	-9.16	1	6	-4	9.05	-9.10	2	3	11	4.74	-4.3.1
0	7	9	15.13	14.53	1	6	-3	9.31	-9.22	2	4	-16	4.72	4.6.6
0	7	1	8.04	-7.65	1	6	-2	5.57	-5.13	2	4	-14	6.54	6.7.4
0	7	3	7.06	6.82	1	6	3	10.37	-10.35	2	4	-10	14.25	15.4.4
0	8	6	6.31	7.87	1	6	5	9.33	8.44	2	4	-9	4.47	-4.6.4
0	8	10	5.55	5.46	1	6	7	9.62	-9.19	2	4	-6	16.73	17.4.0
0	14	4	5.39	5.20	1	6	10	4.33	-4.62	2	4	-4	17.65	17.7.3
0	13	4	4.47	4.21	1	7	-12	6.73	-7.12	2	4	-3	9.37	-10.7.7
1	3	-15	3.95	3.87	1	7	-8	9.33	-9.69	2	1	16.10	16.1.0	
1	3	-13	8.31	-7.39	1	7	-6	9.25	-9.79	2	4	23.75	23.8.1	
1	0	-9	11.14	11.12	1	7	-4	4.32	-4.91	2	4	5.421	-4.4.2	
1	1	-5	19.74	19.32	1	7	-3	36	-3.37	2	4	19.27	19.2.7	
1	1	-1	6.96	5.60	1	7	-2	13.21	-13.06	2	4	7	4.39	-4.3.3
1	1	3	15.04	-15.04	1	7	-1	8.20	7.78	2	4	8	7.73	7.7.3
1	1	7	22.32	-21.35	1	7	2	4.76	-4.52	2	4	10	11.75	11.7.7
1	1	9	6.15	5.35	1	7	2	15.51	-16.44	2	4	12	4.33	4.3.3
1	1	-18	4.55	-4.57	1	7	6	7.67	-7.09	2	4	14	9.47	12.4.1
1	1	-14	5.04	-5.53	1	7	8	9.36	-9.17	2	5	-7	7.43	-7.3.7
1	1	-12	13.39	-20.53	1	7	12	6.67	-6.46	2	5	-5	13.56	14.3.4
1	1	-7	4.54	4.49	1	8	-5	5.47	5.36	2	5	-3	10.57	-11.2.3
1	1	-5	21.63	-22.24	1	8	-4	5.44	-5.58	2	5	-2	13.37	12.3.1
1	1	-5	7.72	7.74	1	8	5	5.67	5.33	2	5	-1	4.53	4.4.6
1	1	-4	6.54	6.02	1	8	6	5.24	4.82	2	5	1	5.12	4.7.0
1	1	-3	16.14	17.38	1	3	8	5.02	-5.33	2	5	3	12.93	-17.1.7
1	1	0	7.73	-6.33	1	3	-6	5.14	-5.37	2	4	16.43	15.4.5	
1	1	4	4.39	-4.45	1	3	-4	3.97	-4.03	2	5	5	9.76	9.7.6
1	1	6	11.07	-9.73	1	3	-2	10.43	-10.15	2	5	6	6.73	6.7.3
1	1	5	10.15	9.25	1	3	-1	3.35	3.36	2	5	7	7.33	-7.4.4
1	1	6	22.23	-21.42	1	3	0	4.17	-4.08	2	5	8	6.67	6.6.7
1	1	3	24.13	-24.52	1	3	1	5.55	-4.95	2	5	11	4.74	-2.7.2
1	1	3	8.77	8.25	1	3	2	4.78	-4.82	2	4	14	4.81	4.8.1
1	1	12	17.71	-17.34	1	3	3	4.38	4.23	2	5	-10	11.86	12.7.7
1	1	16	8.04	-7.93	1	3	4	5.14	-4.93	2	6	-6	12.31	13.3.4
1	1	18	4.65	-4.94	1	3	6	6.76	-6.52	2	6	-4	15.93	1.4.4
1	2	-3	6.76	6.86	1	3	8	5.83	-5.03	2	6	-2	4.05	4.0.5
1	2	-7	5.83	-5.63	1	10	4	4.22	4.00	2	5	-1	5.91	6.4.7
1	2	-7	13.40	-13.57	1	11	-2	4.32	-3.60	2	6	0	25.49	25.4.9
1	2	-7	5.23	5.17	1	11	2	4.10	-3.56	2	6	1	7.93	-4.4.1
1	2	-1	15.67	16.53	2	3	-14	10.23	10.77	2	6	2	5.71	5.7.1
1	2	4	16.17	9.47	2	3	-12	5.05	5.21	2	6	3	14.37	9.7.9
1	2	5	21.29	21.21	2	3	-10	13.49	20.06	2	6	4	17.47	16.7.7
1	2	6	16.35	-16.16	2	3	-8	5.42	5.43	2	6	5	7.16	7.1.6
1	2	7	15.39	-14.62	2	0	6	17.94	16.88	2	6	6	7.47	7.4.7
1	2	9	9.26	8.97	2	0	8	4.33	7.21	2	6	10	11.43	11.4.3

M	K	L	F0	FC	M	K	L	F0	FC	M	K	L	F0	FC
2	5	14	6.43	5.41	3	5	5	8.63	-7.69	4	3	3	7.05	7.03
2	7	-7	5.43	-6.28	3	5	6	17.54	-17.13	4	3	11	5.44	-4.37
2	7	-5	6.17	4.37	3	5	7	4.21	-4.04	4	4	-14	7.77	8.15
2	7	-4	6.53	-6.18	3	5	8	13.49	-13.47	4	4	-12	6.32	6.37
2	7	-3	6.33	-7.65	3	5	9	4.05	-4.16	4	4	-10	11.44	12.29
2	7	0	6.84	-6.46	3	5	12	11.33	-11.31	4	4	-9	8.14	-9.4
2	7	2	5.32	-5.16	3	6	-6	6.40	6.65	4	4	-8	5.83	5.79
2	7	3	4.32	-4.32	3	6	-5	9.53	9.53	4	4	-4	12.64	13.42
2	7	4	4.42	4.27	3	6	-4	8.44	-8.49	4	4	-2	7.44	7.55
2	7	6	10.45	-10.44	3	6	-3	5.70	-5.43	4	4	-1	7.05	7.33
2	7	7	7.23	-7.21	3	6	-2	6.20	6.24	4	4	1	10.31	-9.87
2	7	9	4.08	3.73	3	6	-1	6.43	6.15	4	4	4	24.85	24.27
2	8	-10	5.35	5.41	3	6	4	6.77	6.43	4	4	6	13.37	12.55
2	8	-6	5.53	6.24	3	6	5	10.05	9.65	4	4	8	9.44	8.48
2	8	-4	8.22	8.36	3	6	6	5.77	-5.46	4	4	10	17.81	17.55
2	8	-2	4.07	4.63	3	6	7	4.37	-4.73	4	4	14	8.33	7.66
2	8	-1	6.24	5.35	3	6	8	5.27	5.48	4	4	16	7.91	-7.33
2	8	0	10.35	10.44	3	7	-12	5.13	-5.44	4	5	-6	5.45	5.92
2	8	2	6.17	5.98	3	7	-6	7.65	-8.20	4	5	-5	7.86	8.40
2	8	4	10.93	10.47	3	7	-7	5.23	5.45	4	5	-4	8.97	8.97
2	8	6	7.64	7.22	3	7	-8	4.05	-4.56	4	5	-3	11.64	-12.36
2	8	8	5.56	5.62	3	7	-4	9.03	-9.46	4	5	-2	5.67	5.35
2	8	10	4.08	-4.04	3	7	-2	14.33	-16.28	4	5	-1	10.03	10.44
2	8	12	5.55	5.17	3	7	-1	3.02	3.46	4	5	3	7.32	-7.23
2	9	-7	5.47	-5.18	3	7	1	7.89	-7.29	4	5	5	11.21	10.79
2	9	0	25.37	26.84	3	7	2	16.64	-16.55	4	5	7	10.35	-9.66
2	9	2	7.37	-7.62	3	7	3	8.17	-7.89	4	5	9	5.67	5.33
2	9	4	7.45	6.82	3	7	4	7.13	-6.82	4	5	9	4.37	4.63
2	9	6	4.13	-4.41	3	7	5	8.03	-7.60	4	5	10	4.34	-4.41
2	9	8	5.45	-5.77	3	7	6	8.31	-7.88	4	5	14	4.35	4.51
2	9	10	5.15	-5.36	3	7	10	4.40	-4.23	4	5	-10	4.02	4.25
2	9	12	12.93	-13.69	3	7	12	6.45	-6.22	4	5	-9	4.46	-4.32
2	9	14	7.42	-7.40	3	7	14	7.07	-7.41	4	5	-7	4.71	4.73
2	9	16	10.52	-10.48	3	7	16	5.47	-5.78	4	5	-6	9.25	9.64
2	9	18	21.85	-22.41	3	7	18	4.43	-4.25	4	5	-4	8.05	8.97
2	9	20	7.94	8.28	3	7	20	5.45	-5.31	4	5	-3	6.50	-7.21
2	9	22	11.45	11.64	3	7	22	4.95	-4.91	4	5	-2	3.39	4.27
2	9	24	14.24	14.51	3	7	24	4.45	-4.68	4	5	-1	5.93	5.31
2	9	26	18.67	-17.44	3	7	26	5.23	-5.43	4	5	0	17.14	16.68
2	9	28	19.71	-18.39	3	7	28	6.54	-6.33	4	5	4	16.71	16.11
2	9	30	4.74	4.44	3	7	30	4.02	4.24	4	5	6	7.03	6.67
2	9	32	6.27	6.14	3	7	32	5.27	-5.24	4	5	8	4.94	4.97
2	9	34	3.25	-3.84	3	7	34	4.47	-4.04	4	5	13	4.15	4.20
2	9	36	15.61	-15.64	3	7	36	4.55	-4.35	4	5	14	5.34	4.37
2	9	38	7.42	-7.62	3	7	38	7.33	-7.33	4	5	16	4.37	4.37
2	9	40	4.25	4.62	3	7	40	6.55	6.69	4	5	15	5.11	5.11
2	9	42	4.41	-4.57	3	7	42	7.42	7.40	4	5	14	4.62	-4.63
2	9	44	10.43	-11.54	3	7	44	4.35	4.17	4	5	15	7.33	6.77
2	9	46	18.15	20.68	3	7	46	15.63	16.47	4	5	16	6.04	6.04
2	9	48	7.75	-8.26	3	7	48	23.32	24.02	4	5	17	4.84	-5.16
2	9	50	18.33	21.16	3	7	50	12.44	11.49	4	5	18	4.07	4.16
2	9	52	6.35	-5.88	3	7	52	11.34	-12.19	4	5	19	6.36	7.21
2	9	54	9.27	-9.53	3	7	54	9.61	9.66	4	5	20	5.37	5.11
2	9	56	10.14	-10.02	3	7	56	8.21	8.63	4	5	24	8.12	8.73
2	9	58	26.64	20.44	3	7	58	23.27	22.42	4	5	22	4.83	5.41
2	9	60	18.78	-18.78	3	7	60	11.32	11.62	4	5	26	12.44	11.22
2	9	62	9.07	8.45	3	7	62	4.18	4.52	4	5	28	4.25	4.25
2	9	64	6.15	-5.55	3	7	64	4.26	3.61	4	5	22	4.07	3.97
2	9	66	4.03	-3.81	3	7	66	6.35	-6.64	4	5	24	4.14	4.21
2	9	68	5.31	-5.69	3	7	68	7.65	7.13	4	5	26	10.56	11.31
2	9	70	12.45	-12.44	3	7	70	15.92	-16.17	4	5	28	5.15	4.76
2	9	72	15.23	-15.22	3	7	72	4.24	-3.92	4	5	30	5.44	4.71
2	9	74	14.35	-15.33	3	7	74	19.17	20.13	4	5	32	5.55	5.16
2	9	76	6.44	-6.54	3	7	76	12.75	-13.04	4	5	34	3.39	-3.33
2	9	78	3.98	4.36	3	7	78	12.03	12.36	4	5	36	4.14	-4.12
2	9	80	6.93	-5.73	3	7	80	12.15	-11.93	4	5	38	4.33	4.76
2	9	82	8.37	-7.57	3	7	82	3.41	3.41	4	5	40	6.26	5.88
2	9	84	17.81	17.71	3	7	84	9.33	-9.33	4	5	42	4.01	4.65
2	9	86	17.80	-17.80	3	7	86	5.11	4.93	4	5	44	6.44	3.41
2	9	88	5.33	-5.38	3	7	88	20.33	20.33	4	5	46	4.13	4.69
2	9	90	15.13	-15.14	3	7	90	14.30	14.37	4	5	48	19.43	19.55
2	9	92	4.34	-4.13	3	7	92	17.04	-16.47	4	5	50	12.47	-11.52
2	9	94	5.03	-5.24	3	7	94	10.73	11.62	4	5	52	20.66	21.43
2	9	96	5.30	6.23	3	7	96	5.13	-4.74	4	5	54	20.95	20.93
2	9	98	13.21	-14.33	3	7	98	4.45	4.63	4	5	56	23.28	23.18
2	9	100	9.72	10.43	3	7	100	8.51	8.39	4	5	58	14.32	14.37
2	9	102	9.98	10.69	3	7	102	17.63	18.56	4	5	60	4.32	4.24
2	9	104	7.54	-8.39	3	7	104	4.75	4.68	4	5	62	4.35	-4.40
2	9	106	6.16	6.34	3	7	106	8.36	8.36	4	5	64	5.64	-5.82
2	9	108	10.63	-9.96	3	7	108	12.70	11.39	4	5	66	11.57	-11.57
2	9	110	4.75	-4.18	3	7	110	10.03	-3.79	4	5	68	5.35	-5.66
2	9	112	5.17	-5.17	3	7	112	7.31	5.66	4	5	70	6.11	-6.31
2	9	114	12.35	12.76	3	7	114	17.43	16.67	4	5	72	22.10	-22.77
2	9	116	4.31	-3.82	3	7	116	17.84	16.96	4	5	74	4.42	4.37
2	9	118	17.62	-18.84	3	7	118	7.25	-6.92	4	5	76	12.45	-13.63
2	9	120	6.59	6.84	3	7	120	12.33	9.53	4	5	78	13.31	13.36
2	9	122	10.23	10.34	3	7	122	9.26	7.93	4	5	80	16.14	-15.44
2	9	124	4.45	-3.36	3	7	124	10.23	19.92	4	5	82	4.70	3.86
2	9	126	10.11	-11.23	3	7	126	11.24	11.96	4	5	84	5.01	-5.83
2	9	128	5.33	-5.32	3	7	128	7.32	-6.52	4	5	86	28.15	-28.27
2	9	130	14.66	-11.46	3	7	130	14.72	15.37	4	5	88	19.64	-19.64
2	9	132	13.51	-14.49	3	7	132	3.53	16.33	4	5	90	17.43	-16.55
2	9	134	7.67	-8.15	3	7	134	5.15	5.23	4	5	92	4.67	4.67
2	9	136	7.22	-7.72	3	7	136	9.76	-9.58	4	5	94	5.14	-4.44
2	9	138	8.36	3.34	3	7	138	12.52	-18.52	4	5	96	5.78	-5.44
2	9	140	6.89	-6.41	3	7	140	19.76	11.45	4	5	98	8.17	-8.76
2	9	142	12.12	-11.25	3	7	142	11.42	16.43	4	5	100	12.14	-12.14
2	9	144	27.52	-27.81	3	7	144	4.27	-4.74	4	5	102	11.14	-11.14
2	9	146	7.53	5.22	3	7	146	15.40	-14.52	4	5	104	9.66	-10.14
2	9	148	4.12	-3.59	3	7	148	4.25	4.51	4	5	106	16.45	-16.45

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	
5	2	-1	11.75	12.32	6	1	11	5.33	-4.76	7	1	-5	6.24	-6.76	
5	2	0	9.34	8.31	6	2	-14	6.67	7.21	7	1	-4	14.09	-14.26	
5	2	1	8.47	-8.19	6	2	-12	5.47	5.54	7	1	-2	22.82	-23.87	
5	2	2	1.51	14.22	6	2	-15	15.46	17.39	7	1	-1	6.53	-6.48	
5	2	3	10.63	-10.13	6	2	-8	4.74	4.97	7	1	0	46.37	-5.45	
5	2	5	18.74	18.07	6	2	-6	13.73	20.77	7	1	1	12.14	-11.44	
5	2	7	15.84	-15.35	6	2	-5	4.15	-3.33	7	1	5	5.56	-5.52	
5	2	9	10.11	9.86	6	2	-4	15.73	16.39	7	1	6	26.25	-13.43	
5	3	-18	4.56	-3.57	6	2	-2	12.19	12.13	7	1	7	7.53	-7.05	
5	3	-14	4.83	-5.37	6	2	1	3.46	-3.46	7	1	8	14.06	-13.32	
5	3	-12	10.31	-11.21	6	2	4	32.10	33.32	7	1	10	4.58	-4.43	
5	3	-8	15.75	-17.31	6	2	5	4.92	-4.36	7	1	12	12.31	-12.63	
5	3	-7	5.04	5.45	6	2	6	12.03	11.34	7	1	16	6.33	-6.74	
5	3	-6	6.41	-6.67	6	2	8	13.62	12.13	7	2	-5	8.65	9.02	
5	3	-4	9.59	-16.14	6	2	10	16.78	13.41	7	2	-3	13.27	-13.98	
5	3	-3	6.77	-7.10	6	2	14	9.49	9.62	7	2	-2	11.15	11.36	
5	3	-1	4.66	8.63	6	3	-7	11.83	-12.05	7	2	-1	8.14	6.23	
5	3	0	8.22	8.38	6	3	-5	6.3	6.72	7	2	3	5.66	-5.3	
5	3	3	4.47	-4.20	6	3	-3	11.68	-11.53	7	2	4	12.25	12.08	
5	3	5	4.73	-4.29	6	3	-2	4.76	4.40	7	2	5	10.23	9.43	
5	3	6	12.75	-11.43	6	3	-1	7.04	6.85	7	2	6	6.31	-6.27	
5	3	8	11.83	-11.38	6	3	1	10.52	-11.44	7	2	7	17.62	-17.24	
5	3	10	6.02	-5.97	6	3	3	5.26	-4.77	7	2	9	11.64	11.25	
5	3	12	10.65	-9.88	6	3	5	7.52	7.14	7	2	10	5.13	4.33	
5	3	16	6.23	-6.35	6	3	7	19.03	-18.13	7	3	-16	4.74	-4.52	
5	4	-7	9.47	-5.58	6	4	8	5.45	4.85	7	3	-14	4.13	-4.49	
5	4	-5	8.96	9.76	6	4	9	7.14	7.00	7	3	-12	6.67	-6.71	
5	4	-4	6.58	-6.61	6	4	-16	4.12	4.35	7	3	-10	6.44	-6.30	
5	4	-3	14.28	-15.94	6	4	-14	5.45	5.45	7	3	-8	16.65	-17.44	
5	4	-2	6.35	7.16	6	4	-10	13.68	14.63	7	3	-4	16.65	-17.34	
5	4	-1	8.61	8.69	6	4	-8	5.33	5.87	7	3	-3	4.25	4.39	
5	4	3	11.83	-11.52	6	4	-7	4.63	4.17	7	3	1	7.46	-7.26	
5	4	4	6.34	5.82	6	4	-6	11.82	12.45	7	3	2	27.61	-28.75	
5	4	5	9.26	8.36	6	4	-2	12.67	12.33	7	3	3	10.36	10.21	
5	4	6	8.77	-5.62	6	4	-1	7.21	6.81	7	3	4	6.02	-5.43	
5	4	7	4.4	-8.46	6	4	0	13.94	19.48	7	3	6	18.33	-18.10	
5	4	8	4.35	4.25	6	4	3	9.50	7	3	8	11.52	11.39		
5	4	11	3.34	-3.86	6	4	4	28.01	29.77	7	3	10	4.75	-4.75	
5	5	-14	4.94	-4.62	6	4	8	6.35	6.13	7	3	12	11.12	-11.48	
5	5	-12	7.11	-7.53	6	4	9	4.03	4.15	7	3	16	4.37	-4.65	
5	5	-9	13.37	-15.38	6	4	10	15.88	15.41	7	3	-5	9.25	-9.25	
5	5	-6	7.23	-8.11	6	4	14	6.94	6.94	7	3	-4	8.24	-8.72	
5	5	-4	11.61	-12.42	6	5	-7	4.56	-4.22	7	3	-3	10.66	-11.74	
5	5	-1	11.24	-11.12	6	5	-5	6.75	6.75	7	3	-1	10.66	-10.66	
5	5	2	24.35	-24.70	6	5	-4	6.27	-6.55	7	3	0	6.66	-6.67	
5	5	3	11.55	11.48	6	5	-3	5.03	-5.46	7	3	2	5.41	-5.47	
5	5	4	8.62	-8.25	6	5	-2	5.75	5.67	7	3	4	4.85	-4.56	
5	5	6	13.13	-13.51	6	5	0	6.44	-6.12	7	3	6	2.63	-2.53	
5	5	8	16.52	-10.45	6	5	1	4.27	-4.18	7	3	8	6.08	-6.33	
5	5	10	7.13	-6.35	6	5	5	6.74	6.74	7	3	9	7.07	-7.24	
5	5	12	9.48	-9.41	6	5	6	7.43	-7.12	7	3	9	6.94	7.41	
5	5	16	5.05	-5.37	6	5	16	6.13	-6.07	7	3	-16	4.54	-4.54	
5	5	19	3.43	10.42	6	5	9	6.63	6.36	7	3	-12	4.33	-5.35	
5	5	22	5.28	5.44	6	5	-14	4.45	4.21	7	3	-10	4.86	-5.03	
5	5	24	6.62	-7.30	6	5	-13	7.63	7.34	7	3	-8	16.77	-11.77	
5	5	26	13.13	-13.51	6	5	-3	4.25	-4.59	7	3	-6	11.53	-11.53	
5	5	30	4.42	-6.01	6	5	-7	4.21	4.68	7	3	-2	13.81	-14.33	
5	5	34	4.05	3.34	6	5	-6	8.08	8.91	7	3	-1	6.54	6.93	
5	5	36	7.23	8.37	6	5	-4	6.72	7.43	7	3	2	21.42	-22.05	
5	5	40	6.43	6.21	6	5	-2	4.65	5.33	7	3	6	10.77	-16.94	
5	5	42	7.68	-7.15	6	5	-2	4.03	4.24	7	3	8	8.74	-8.55	
5	5	44	4.15	-2.74	6	5	0	15.34	15.92	7	3	12	7.54	-7.50	
5	5	46	4.94	-4.82	6	5	1	7.32	-7.52	7	3	14	3.38	-4.13	
5	5	48	9.24	-9.77	6	5	3	4.26	4.12	7	3	16	4.45	-5.23	
5	5	50	6.45	-5.30	6	5	4	13.35	12.52	7	3	18	5.75	-5.58	
5	5	52	5.83	-6.43	6	5	5	6.04	6.03	7	3	20	8.51	6.24	
5	5	54	-2	11.51	-12.92	6	5	6	6.04	6.03	7	3	22	6.13	-5.94
5	5	56	4.32	-4.94	6	5	10	7.73	7.80	7	3	24	4.33	-5.20	
5	5	58	7.45	-7.23	6	5	14	5.15	5.55	7	3	26	4.32	-3.33	
5	5	60	11.24	-14.74	6	5	-3	-6.53	-6.53	7	3	-12	5.52	-5.15	
5	5	62	7.25	6.80	6	5	-2	6.86	7.10	7	3	-10	6.59	-6.69	
5	5	64	4.60	-4.76	6	5	-1	4.44	4.33	7	3	-8	6.02	-6.33	
5	5	66	16.54	-10.12	6	5	3	5.24	-4.89	7	3	-6	6.43	-6.45	
5	5	68	6.37	-6.74	6	5	4	5.87	5.81	7	3	-4	7.03	-7.03	
5	5	70	7.04	-6.57	6	5	8	4.45	4.30	7	3	6	10.77	-16.94	
5	5	72	6.14	-4.13	6	5	10	4.45	4.30	7	3	8	8.74	-8.55	
5	5	74	-14	4.15	-2.74	6	5	1	15.34	15.92	7	3	12	7.54	-7.50
5	5	76	-12	4.94	-4.82	6	5	3	7.32	-7.52	7	3	14	3.38	-4.13
5	5	78	9.24	-9.77	6	5	3	4.26	4.12	7	3	16	4.45	-5.23	
5	5	80	6.45	-5.30	6	5	4	13.35	12.52	7	3	18	5.75	-5.58	
5	5	82	5.83	-6.43	6	5	5	6.04	6.03	7	3	20	8.51	6.24	
5	5	84	-2	11.51	-12.92	6	5	6	6.04	6.03	7	3	22	6.13	-5.94
5	5	86	4.32	-4.94	6	5	10	7.73	7.80	7	3	24	4.33	-5.20	
5	5	88	7.45	-7.23	6	5	14	5.15	5.55	7	3	26	4.32	-3.33	
5	5	90	11.24	-14.74	6	5	-3	-6.53	-6.53	7	3	-12	5.52	-5.15	
5	5	92	7.25	6.80	6	5	-2	6.86	7.10	7	3	-10	6.59	-6.69	
5	5	94	4.60	-4.76	6	5	-1	4.44	4.33	7	3	-8	6.02	-6.33	
5	5	96	16.54	-10.12	6	5	3	5.24	-4.89	7	3	-6	6.43	-6.45	
5	5	98	6.37	-6.74	6	5	4	5.87	5.81	7	3	-4	7.03	-7.03	
5	5	100	7.04	-6.57	6	5	8	4.45	4.30	7	3	6	10.77	-16.94	
5	5	102	7.04	-6.57	6	5	8	4.45	4.30	7	3	6	10.77	-16.94	
5	5	104	-2	11.51	-12.92	6	5	-3	-6.53	-6.53	7	3	-12	5.52	-5.15
5	5	106	7.25	6.80	6	5	-2	6.86	7.10	7	3	-10	6.59	-6.69	
5	5	108	4.60	-4.76	6	5	-1	4.44	4.33	7	3	-8	6.02	-6.33	
5	5	110	16.54	-10.12	6	5	3	5.24	-4.89	7	3	-6	6.43	-6.45	
5	5	112	6.37	-6.74	6	5	4	5.87	5.81	7	3	-4	7.03	-7.03	
5	5	114	7.04	-6.57	6	5	8	4.45	4.30	7	3	6	10.77	-16.94	
5	5	116	7.04	-6.57	6	5	8	4.45	4.30	7	3	6	10.77	-16.94	
5	5	118	-2	11.51	-12.92	6	5	-3	-6.53	-6.53	7	3	-12	5.52	-5.15
5	5	120	7.25	6.80	6	5	-2	6.86	7.10	7	3	-10	6.59	-6.69	

M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC	
8	1	-3	14.64	-14.13	9	1	16	5.53	-5.61	10	4	4	12.15	12.41	
8	1	-1	11.51	11.04	9	2	2	3.72	3.73	10	4	8	6.37	6.65	
8	1	0	7.44	7.33	9	2	5	5.96	-5.03	10	4	10	5.71	6.11	
8	1	1	10.66	-10.32	9	2	-1	9.73	10.45	10	4	14	4.33	4.12	
8	1	5	8.54	8.17	9	2	5	8.42	7.46	10	5	-3	6.31	-6.92	
8	1	7	15.64	-15.25	9	2	7	7.33	-7.64	10	5	-7	4.33	-4.33	
8	1	9	8.03	7.63	9	2	9	7.65	7.65	10	5	7	5.06	-6.14	
8	2	-16	5.26	-4.21	9	3	-14	-4.75	-4.25	10	6	-14	4.14	4.14	
8	2	-14	5.21	4.38	9	3	-12	7.65	-7.68	10	6	-11	6.03	5.61	
8	2	-10	10.62	10.33	9	3	-8	13.51	-13.33	10	6	-6	4.16	4.26	
8	2	-9	6.13	-6.34	9	3	-6	8.75	-9.13	10	6	-6	7.79	7.88	
8	2	-8	4.75	5.45	9	3	-5	13.61	-14.29	10	6	-4	6.36	6.67	
8	2	-6	14.59	15.10	9	3	-2	14.12	-15.21	10	6	-2	8.07	8.52	
8	2	-4	10.35	11.67	9	3	0	12.22	-12.54	10	6	0	16.85	11.17	
8	2	-3	9.43	-9.35	9	3	2	23.78	-24.74	10	6	4	12.25	12.42	
8	2	-2	6.72	7.05	9	3	5	4.44	-4.33	10	6	6	4.43	4.44	
8	2	0	22.07	21.76	9	3	6	17.66	-17.74	10	6	8	4.74	5.46	
8	2	4	23.08	23.88	9	3	12	11.37	-11.26	10	6	10	5.98	5.51	
8	2	5	4.92	-4.84	9	3	16	4.22	-3.96	10	7	1	4.11	-4.22	
8	2	8	8.15	7.67	9	4	-1	6.77	6.79	10	8	4	5.31	5.43	
8	2	10	10.51	11.65	9	4	1	4.64	-4.51	10	8	5	5.48	5.15	
8	3	-6	5.36	5.59	9	4	5	5.67	5.50	10	9	-3	7.26	-7.18	
8	3	-5	3.23	8.63	9	4	7	7.70	7.59	10	9	-1	5.35	-9.27	
8	3	-4	-4.72	-4.72	9	4	8	4.77	4.35	10	9	2	6.82	6.82	
8	3	-3	9.76	12.39	9	4	9	8.34	8.70	10	9	3	5.62	6.01	
8	3	-1	12.72	12.88	9	5	-12	6.16	-6.02	10	9	-1	5.31	-5.20	
8	3	5	10.68	10.68	9	5	-7	7.83	-7.80	10	9	-12	4.37	-4.37	
8	3	7	5.72	-5.40	9	5	-7	4.12	3.39	10	9	-1	4.37	-11.45	
8	3	9	4.44	4.33	9	5	-6	5.49	-5.82	10	9	-4	12.90	-12.63	
8	3	11	4.02	-4.05	9	5	-4	6.91	-7.70	10	9	-1	3.77	-9.59	
8	4	-14	4.4	5.33	9	6	3	11.72	-6.71	10	10	-5	6.23	-6.23	
8	4	-10	10.29	10.49	9	6	5	4.32	-4.50	10	10	1	4.37	4.43	
8	4	-6	11.59	12.50	9	6	2	13.39	-13.86	10	11	2	18.26	-18.24	
8	4	-4	9.39	10.12	9	6	3	4.34	4.73	10	11	6	14.26	-14.27	
8	4	-2	7.13	7.34	9	6	6	11.22	-11.54	10	11	8	7.32	-7.37	
8	4	-1	4.92	4.81	9	6	8	6.43	-6.56	10	11	12	7.63	-8.21	
8	4	1	5.34	-5.22	9	6	12	6.10	-6.33	10	12	5	4.17	4.18	
8	4	3	7.51	7.27	9	6	17	4.13	-4.35	10	12	-5	4.37	5.32	
8	4	4	16.34	16.34	9	6	18	4.86	-4.94	10	12	-3	5.49	-5.28	
8	4	6	7.73	7.68	9	6	1	4.12	-3.89	10	12	-1	9.42	9.36	
8	4	8	9.79	11.35	9	7	-8	5.03	-5.71	10	12	4	4.74	-4.92	
8	4	10	6.36	7.08	9	7	-4	5.74	-6.04	10	13	2	5.3	5.3	
8	4	14	6.32	7.61	9	7	-2	7.22	-7.51	10	13	2	5.57	5.73	
8	5	-7	4.13	-4.10	9	7	1	4.52	-4.44	10	13	-14	4.32	-3.32	
8	5	-5	5.50	5.45	9	7	2	8.52	-8.75	10	13	-12	5.81	-5.55	
8	5	-3	8.61	-8.09	9	7	6	4.53	-4.72	10	13	-9	4.61	-4.64	
8	5	-2	5.27	5.16	9	7	12	4.16	-3.88	10	13	-6	4.62	-4.80	
8	5	0	7.10	-7.19	9	8	-4	4.12	-4.07	10	13	-4	10.91	-11.17	
8	5	3	5.3	-5.33	9	8	-2	5.55	-5.54	10	13	-2	9.46	-8.85	
8	5	6	6.51	-6.13	9	8	2	5.87	-5.66	10	13	2	7.85	-7.79	
8	5	7	4.74	-4.71	9	9	6	4.25	-4.46	10	13	2	17.13	-17.25	
8	5	11	4.06	-3.55	9	10	-16	5.17	-5.07	10	13	6	4.11	-4.19	
8	6	-12	4.01	3.72	10	-10	12.57	12.60	10	13	7	11.67	-11.81		
8	6	-10	7.23	6.80	10	0	-8	6.77	6.18	10	13	3	6.05	-5.67	
8	6	-6	9.97	10.40	10	0	-5	11.16	10.16	10	13	10	4.65	-4.33	
8	6	-4	8.15	8.54	10	0	-4	13.21	13.15	10	13	12	6.02	-6.14	
8	6	-2	4.43	4.74	10	0	-2	11.76	11.29	10	14	5	4.65	-4.25	
8	6	0	13.45	13.92	10	0	0	17.31	16.73	10	14	-3	4.44	-4.35	
8	6	1	6.51	-6.47	10	0	4	24.75	25.40	10	14	-2	4.10	4.43	
8	6	2	4.23	4.38	10	0	6	4.35	4.26	10	14	-1	4.79	4.94	
8	6	3	7.61	7.62	10	0	8	11.53	11.11	10	15	-12	4.13	-3.63	
8	6	4	12.63	12.67	10	0	10	10.01	9.32	10	15	-8	8.24	-7.74	
8	6	6	4.16	4.25	10	0	14	7.44	7.74	10	15	-4	7.04	-7.22	
8	6	8	6.49	6.63	10	1	-7	4.32	-4.26	10	15	-2	7.85	-7.99	
8	6	10	6.47	6.15	10	1	-3	6.78	-6.78	10	15	5	1.592	-6.05	
8	6	14	4.12	4.68	10	1	-1	6.44	6.31	10	15	5	3.54	-3.41	
8	7	-3	4.38	-4.48	10	1	0	5.54	-5.08	10	15	6	6.64	-7.13	
8	7	-2	5.32	-5.32	10	1	1	6.63	-6.07	10	15	12	4.37	-4.37	
8	7	7	4.75	-4.77	10	1	5	5.24	4.67	10	16	-2	4.02	4.24	
8	7	8	4.32	3.91	10	1	7	11.27	-11.55	10	16	0	4.61	-4.66	
8	8	-6	4.96	4.99	10	1	9	5.74	5.40	10	17	8	4.27	-4.27	
8	8	-2	4.4	4.44	10	1	11	4.66	-4.65	10	17	7	4.33	-4.35	
8	8	0	6.47	6.58	10	2	-16	4.33	3.53	10	17	-2	4.96	-5.25	
8	8	1	4.69	-4.38	10	2	-12	4.95	5.00	10	17	2	6.44	-6.41	
8	8	4	7.69	7.68	10	2	-10	9.29	9.13	10	17	6	5.98	-5.98	
8	8	10	5.12	4.30	10	2	-6	12.03	12.87	10	17	-12	5.23	4.92	
8	13	4	4.24	3.63	10	2	-4	3.74	1.13	10	18	-10	6.19	5.91	
8	9	-9	4.21	-3.62	10	2	-3	4.46	4.63	10	18	-6	14.31	-14.37	
8	9	5	6.35	6.20	10	2	-2	9.42	8.92	10	18	-3	6.17	5.37	
8	9	3	21.30	-21.06	10	2	0	19.73	19.76	10	18	0	6.33	5.32	
8	9	0	8.53	7.75	10	2	1	4.33	-4.47	10	18	0	17.59	17.11	
8	9	3	9.92	-9.44	10	2	3	8.49	8.61	10	18	3	8.93	8.92	
8	9	5	5.21	-4.94	10	2	4	18.15	17.76	10	18	6	5.30	5.21	
8	9	7	4.35	-4.46	10	2	8	11.37	9.86	10	18	9	8.04	8.05	
8	9	9	6.61	5.95	10	2	10	7.69	7.43	10	18	14	5.40	6.09	
8	9	11	5.37	-5.94	10	2	14	5.36	6.37	10	19	-3	7.73	-7.63	
8	9	-14	6.24	-6.16	10	3	-5	6.05	6.76	10	19	-1	5.40	5.73	
8	9	-12	6.33	-6.39	10	3	-3	8.02	-8.33	10	19	1	4.34	-4.61	
8	9	-10	5.23	-5.49	10	3	-1	3.50	8.69	10	19	2	6.82	6.57	
8	9	1	14.76	14.76	10	3	5	5.35	5.55	10	19	5	11.67	11.67	
8	9	1	17.37	-17.06	10	3	6	4.77	-4.71	10	19	6	4.85	5.29	
8	9	1	17.43	-17.30	10	3	7	4.41	-4.23	10	19	7	7.22	6.44	
8	9	1	24.02	-24.71	10	3	9	6.15	6.33	10	19	8	12.23	12.23	
8	9	4	5.14	-4.91	10	4	-12	4.25	4.66	10	20	4	14.42	14.54	
8	9	1	12.73	-12.06	10	4	-10	4.39	4.61	10	20	5	7.00	7.24	
8	9	1	8	-8.61	10	4	-6	11.77	17.27	10	20	6	6.12	6.12	
8	9	1	5.41	-5.34	10	4	-5	14.41	14.07	10	20	7	14.17	14.17	
8	9	1	12	9.33	-9.57	10	4	1	5.36	-5.32	10	21	1	6.41	-6.41

H	K	L	FD	FC	H	K	L	FD	FC	H	K	L	FD	FC
12	3	7	7.21	-7.66	13	3	-4	7.09	-6.94	14	4	0	7.19	7.54
12	4	-10	7.12	6.41	13	3	-2	5.99	-6.77	14	4	4	6.53	6.44
12	4	-6	5.84	6.18	13	3	2	6.73	-6.10	15	1	-4	5.95	-6.11
12	4	-4	6.25	6.60	13	3	6	6.95	-7.52	15	1	-4	6.81	-6.55
12	4	-2	8.93	9.35	13	4	-3	4.93	-4.51	15	1	-2	7.44	-6.74
12	4	0	6.47	7.21	13	4	-1	4.31	-4.15	15	1	2	8.72	-6.30
12	4	4	12.02	13.05	13	5	-8	5.43	-4.75	15	1	6	6.53	-6.53
12	4	8	4.75	5.02	13	5	-4	7.23	-6.88	15	3	-4	5.19	-4.82
12	4	14	6.12	6.32	13	5	-2	5.67	-6.20	15	3	0	4.03	-4.27
12	5	1	4.37	-4.43	13	5	2	8.75	-9.13	15	3	2	5.37	-6.11
12	6	-6	5.43	4.92	13	5	6	6.17	-6.67	15	3	6	5.67	-6.25
12	6	-2	4.46	4.37	13	7	-4	4.14	-3.65	15	5	-4	4.63	-3.48
12	6	0	5.35	6.15	13	7	2	5.33	-5.41	15	5	0	4.33	-4.12
12	6	4	6.43	6.89	13	7	6	4.43	-4.14	15	5	2	5.13	-5.13
12	9	-6	4.45	4.06	14	3	-6	7.54	7.33	15	5	6	4.66	-5.12
12	8	0	4.86	4.90	14	3	-2	5.91	5.93	16	3	-10	4.49	4.20
13	3	-1	8.45	7.42	14	0	0	6.45	5.33	16	3	-6	4.25	3.65
13	3	3	4.32	4.37	14	3	4	10.45	10.12	16	3	-2	6.73	6.25
13	3	9	4.32	4.95	14	3	10	5.24	5.63	16	3	4	7.73	7.53
13	3	-12	5.23	-4.72	14	1	-1	4.07	4.27	16	3	8	4.24	4.44
13	1	-5	7.14	-6.70	14	1	7	4.27	-3.39	16	2	-6	5.72	4.74
13	1	-6	6.35	-6.66	14	2	-10	4.42	4.84	16	2	-2	4.25	4.24
13	1	-4	8.53	-8.29	14	2	-6	7.73	7.81	16	2	0	4.95	5.15
13	1	-2	7.29	-7.46	14	2	-4	4.34	4.33	16	2	4	5.70	5.61
13	1	0	7.63	-7.29	14	2	-2	7.64	7.17	16	4	-6	4.56	4.77
13	1	2	12.03	-13.43	14	2	0	7.97	7.98	16	4	0	4.91	5.26
13	1	6	11.63	-11.72	14	2	4	9.46	9.62	16	4	4	4.59	4.45
13	1	8	4.14	-4.11	14	2	3	4.71	5.72	17	1	-4	4.91	-4.21
13	1	12	5.37	-5.44	14	2	15	4.53	4.43	17	1	2	4.35	-4.13
13	2	-3	5.15	-5.08	14	3	-3	4.09	-3.81	17	1	6	4.93	-4.63
13	2	0	4.39	-4.55	14	3	1	4.23	-4.27	17	3	-4	4.62	-2.72
13	2	3	3.18	-3.08	14	4	-10	5.24	4.16	17	3	2	4.41	-4.65
13	3	-10	5.32	-4.23	14	4	-6	6.75	5.39	18	3	0	4.94	4.42
13	3	-6	6.75	-6.36	14	4	-2	4.94	5.20					

vor dem letzten least-squares- Zyklus ausgesonderte
Reflexe:

H	K	L	FD	FC	H	K	L	FD	FC	H	K	L	FD	FC
0	3	4	34.02	37.22	2	3	-4	23.97	22.03	4	3	4	32.15	23.83
0	3	6	36.13	36.72	2	3	-4	26.85	26.31	4	2	-6	23.67	27.03
0	1	3	30.17	-32.49	2	3	-	35.85	47.26	4	2	-4	21.86	20.73
0	1	5	26.93	19.27	2	3	4	42.71	51.71	4	2	0	39.33	41.44
0	2	0	34.92	43.50	2	2	-10	20.12	14.98	4	2	4	36.77	36.17
0	2	4	27.74	26.34	2	2	-6	22.73	22.41	4	3	-3	22.48	-27.19
0	3	5	21.16	19.65	2	4	-2	25.34	27.01	4	4	-6	21.72	20.44
0	4	0	32.62	31.11	2	2	-1	21.93	20.25	4	4	0	34.37	24.11
0	4	4	29.55	27.66	2	2	3	42.35	48.28	5	1	-2	36.15	-75.11
0	4	10	17.61	18.03	2	2	4	33.27	32.10	5	1	2	40.52	-42.76
1	3	-7	26.43	-24.58	2	4	0	35.71	36.77	5	1	-2	22.74	-21.06
1	3	-3	25.24	-26.46	3	3	-5	24.21	21.53	5	3	2	33.91	-31.77
1	3	5	26.17	24.03	3	3	-3	34.39	-34.66	5	5	-2	21.41	-21.74
1	1	-4	25.35	-23.56	3	3	-1	26.26	25.76	6	3	-6	27.27	26.75
1	1	-2	31.11	-42.65	3	3	2	29.17	-28.45	6	3	0	29.33	42.12
1	1	2	35.63	-33.14	3	1	-8	25.84	-24.40	6	3	4	24.22	13.44
1	1	2	24.85	22.44	3	1	-2	38.47	-50.18	6	1	-2	23.57	-22.55
1	1	-1	26.25	26.78	3	1	2	42.73	-50.21	6	2	-	32.48	31.24
1	2	-7	21.44	-14.34	3	2	-3	20.33	-21.23	6	4	-4	19.83	15.17
1	2	-	26.73	-14.55	3	3	-2	20.77	-27.44	7	1	0	34.15	-10.71
1	2	2	22.42	-22.51	3	3	2	31.44	-32.34	7	1	-2	22.11	-21.01
1	3	-4	27.11	-27.03	3	3	6	19.13	-19.13	8	3	4	34.72	34.44
1	3	-2	37.23	-44.32	3	5	-3	25.13	-18.93	8	4	0	21.65	19.62
1	3	0	37.93	-41.11	4	0	-10	25.24	27.03					
1	3	-2	27.45	-21.77	4	0	0	31.34	30.22					

8.7. Strukturfaktoren des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$

H	K	L	F0	FC	H	K	L	F0	FC	H	K	L	F0	FC
1	0	0	8.01	17.59	-11	0	6	4.31	-2.85	-9	0	11	15.27	-14.33
2	0	0	5.44	-6.70	-10	0	6	4.33	3.61	-8	0	11	4.13	11.27
3	0	0	16.19	-24.26	-9	0	6	10.77	9.41	-7	0	11	10.06	10.15
4	0	0	5.65	7.88	-8	0	6	5.62	-4.58	-6	0	11	9.53	9.11
5	0	0	18.74	24.72	-7	0	6	-21.24	-21.24	-5	0	11	9.60	9.62
6	0	0	8.67	10.27	-4	0	6	11.03	9.76	-4	0	11	11.01	-10.11
7	0	0	6.51	-6.23	-3	0	6	10.73	16.54	-3	0	11	9.50	-8.69
8	0	0	6.13	-7.55	-1	0	6	11.71	9.24	-2	0	11	6.32	-6.38
9	0	0	12.65	-15.28	0	0	6	19.11	-17.67	-1	0	11	14.12	15.64
10	0	0	4.85	5.72	1	0	6	14.76	-13.45	0	0	11	5.86	6.71
11	0	0	3.33	4.21	3	0	6	3.94	4.21	1	0	11	7.26	-7.48
12	0	0	4.46	4.75	4	0	6	11.03	11.08	-14	0	12	10.15	-10.17
-13	0	1	8.53	8.65	5	0	6	4.76	4.13	-15	0	12	6.89	7.44
-12	0	1	10.46	12.55	6	0	6	6.36	6.10	-12	0	12	15.07	15.45
-14	0	1	4.46	4.75	3	0	6	3.94	4.21	-9	0	12	6.67	-6.42
-15	0	1	4.74	-8.49	8	0	6	5.40	-5.06	-7	0	12	6.41	-6.73
-9	0	1	18.23	-21.86	-16	0	7	4.16	-3.85	-8	0	12	12.64	-12.68
-6	0	1	15.65	-19.17	-15	0	7	8.33	8.14	-7	0	12	7.19	5.06
-7	0	1	24.94	-20.10	-14	0	7	11.37	10.33	-6	0	12	12.43	10.54
-6	0	1	24.65	26.44	-13	0	7	4.49	4.24	-5	0	12	7.42	7.64
-4	0	1	6.53	5.55	-12	0	7	2.94	-3.18	-4	0	12	3.07	-2.57
-3	0	1	17.52	15.58	-11	0	7	24.32	-22.05	-3	0	12	12.05	-12.25
0	0	1	9.61	-10.17	-10	0	7	13.33	-12.45	-2	0	12	7.83	-7.53
3	0	1	15.07	14.66	-9	0	7	9.44	-8.44	-1	0	12	8.75	9.18
6	0	1	11.57	11.58	-8	0	7	16.70	15.41	0	0	12	10.76	-11.02
6	0	1	21.23	-24.54	-7	0	7	8.25	-7.45	0	0	12	6.94	-7.70
9	0	1	14.51	16.56	-3	0	7	18.15	-15.08	0	0	12	7.52	7.62
11	0	1	4.87	-6.69	-2	0	7	22.59	19.69	-13	0	13	13.15	12.72
12	0	1	6.27	-5.59	-1	0	7	8.77	7.42	-12	0	13	5.37	-5.25
13	0	1	4.52	-4.15	0	0	7	3.00	2.43	-11	0	13	12.76	-12.78
-16	0	2	4.74	4.56	2	0	7	16.41	-15.48	-10	0	13	6.84	7.11
-17	0	2	9.73	-11.27	3	0	7	19.15	-18.26	-9	0	13	15.13	15.40
-12	0	2	4.81	-5.48	4	0	7	13.11	-12.45	-8	0	13	8.29	-8.78
-11	0	2	14.54	15.83	5	0	7	8.35	5.23	-7	0	13	14.01	14.34
-10	0	2	3.03	9.56	6	0	7	5.62	5.23	-6	0	13	16.40	16.87
-9	0	2	19.64	19.03	7	0	7	9.01	8.74	-5	0	13	9.11	9.11
-8	0	2	3.22	4.75	-14	0	8	5.17	-5.71	-4	0	13	6.52	9.11
-4	0	2	24.45	21.47	-15	0	8	5.17	-5.71	-3	0	13	10.15	-10.17
-1	0	2	6.30	-4.37	-12	0	8	12.23	11.92	-15	0	14	6.40	6.47
6	0	2	13.74	-10.82	-13	0	8	5.94	5.25	-14	0	14	4.81	6.34
7	0	2	7.11	-6.54	-10	0	8	5.68	-5.68	-13	0	14	15.02	-15.74
5	0	2	4.43	4.71	-10	0	8	9.34	-8.14	-11	0	14	15.02	-15.74
6	0	2	3.74	-4.12	-8	0	8	7.07	-6.42	-8	0	14	10.44	11.61
7	0	2	17.88	-19.21	-6	0	8	22.93	20.12	-7	0	14	15.31	16.40
8	0	2	6.72	-6.68	-4	0	8	6.23	5.92	-6	0	14	15.31	16.40
10	0	2	5.43	5.81	-3	0	8	12.04	-11.15	-4	0	14	9.13	10.22
11	0	2	10.17	10.87	-1	0	8	2.70	-1.14	-3	0	14	6.84	-7.47
-15	0	3	4.75	4.77	0	0	8	5.23	5.40	-12	0	15	8.74	9.11
-14	0	3	8.35	8.40	1	0	8	16.53	15.83	-11	0	15	5.51	6.84
-12	0	3	6.34	-6.50	3	0	8	5.76	-5.14	-9	0	15	10.10	-11.33
-11	0	3	14.59	-14.06	4	0	8	7.75	-6.20	-8	0	15	9.26	10.26
-9	0	3	14.51	14.51	5	0	8	13.54	-13.43	-7	0	15	7.03	7.26
-8	0	3	20.35	18.40	6	0	8	3.35	-3.42	-14	0	16	5.63	-6.24
-1	0	3	15.61	12.57	-18	0	9	4.53	3.68	-13	0	16	3.99	-4.00
1	0	3	11.64	9.41	-17	0	9	8.34	4.87	-9	0	17	4.65	6.01
1	0	3	18.54	-16.61	-16	0	9	1.68	1.68	0	0	17	20.07	-20.27
3	0	3	11.40	-10.42	-15	0	9	8.04	-7.24	5	1	0	18.33	21.44
4	0	3	5.77	-5.10	-14	0	9	9.12	-9.61	6	1	0	15.13	16.27
6	0	3	23.54	23.54	-13	0	9	5.24	-5.19	7	1	0	11.33	11.11
9	0	3	18.22	-19.07	-12	0	9	4.05	-1.54	8	1	0	24.23	-25.24
10	0	3	8.03	-8.51	-11	0	9	18.63	17.51	9	1	0	11.76	-12.13
12	0	3	4.22	4.73	-10	0	9	15.07	14.40	10	1	0	4.22	-3.44
-16	0	4	16.51	-5.15	-9	0	9	5.77	-5.14	11	1	0	15.74	-15.74
-13	0	4	12.97	13.13	-8	0	9	21.16	-19.27	12	1	0	10.71	10.39
-12	0	4	3.58	3.57	-6	0	9	13.53	-12.14	13	1	0	4.24	4.62
-11	0	4	7.21	-6.51	-5	0	9	8.33	-7.44	-14	1	1	9.03	9.46
-10	0	4	7.04	-5.83	-3	0	9	5.81	-5.81	-11	1	1	4.48	4.66
-9	0	4	24.73	-22.85	-2	0	9	5.64	5.92	-12	1	1	3.25	-2.35
-8	0	4	12.82	10.62	-1	0	9	3.64	-3.71	-11	1	1	5.53	-5.87
-7	0	4	12.62	-12.62	0	0	9	24.05	-23.15	-10	1	1	19.24	-20.14
-6	0	4	16.45	-16.45	1	0	9	6.65	-6.65	-9	1	1	8.27	8.27
-5	0	4	10.08	-9.65	3	0	9	12.63	12.74	-8	1	1	5.24	6.26
-4	0	4	3.33	-3.13	4	0	9	11.93	11.66	-7	1	1	18.15	21.00
-3	0	4	16.45	16.45	7	0	9	9.47	-9.76	-6	1	1	23.07	23.07
-2	0	4	11.32	12.07	-18	0	10	5.17	-5.28	-4	1	1	12.13	-13.40
9	0	4	7.87	7.55	-16	0	10	6.66	7.02	-2	1	1	6.77	-7.47
11	0	4	9.25	-9.31	-15	0	10	10.76	10.21	-1	1	1	22.07	25.77
-14	0	5	4.14	4.67	-14	0	10	9.59	8.50	0	1	1	7.03	7.26
-15	0	5	10.34	-10.05	-13	0	10	8.57	-7.65	2	1	1	11.14	-11.44
-14	0	5	12.46	-11.75	-12	0	10	7.46	-6.60	4	1	1	13.72	-21.06
-17	0	5	7.51	7.48	-11	0	10	16.87	-15.67	-1	1	1	12.13	-12.13
-11	0	5	23.21	21.21	-9	0	10	22.35	20.00	6	1	1	11.94	12.01
-10	0	5	8.75	8.67	-8	0	10	9.96	9.22	7	1	1	8.67	8.14
-9	0	5	15.44	-5.44	-7	0	10	13.37	12.21	1	1	1	12.07	17.24
-6	0	5	21.73	18.24	-6	0	10	19.01	-18.73	10	1	1	11.16	-11.16
-5	0	5	19.47	16.57	-4	0	10	13.74	-12.19	13	1	1	4.65	4.61
2	1	0	4.93	-3.15	-4	0	10	5.30	-4.58	-15	1	2	7.27	-7.40
4	0	5	17.78	16.37	-2	0	10	21.53	21.27	-12	1	2	17.28	-17.28
5	0	5	20.55	19.04	-1	0	10	11.74	11.15	-11	1	2	10.72	10.72
4	0	5	13.61	10.70	0	0	10	9.70	8.64	-10	1	2	3.95	3.81
5	0	5	15.55	-14.14	1	0	10	8.78	-8.65	-9	1	2	14.77	-14.77
6	0	5	8.45	-7.44	2	0	10	13.32	12.79	-7	1	2	6.74	-6.74
7	0	5	9.30	-8.80	-3	0	11	6.75	-7.53	-6	1	2	8.16	-7.61
8	0	5	3.74	-2.14	-16	0	11	8.73	-8.15	-3	1	2	15.06	-15.41
9	0	5	11.78	11.45	-15	0	11	4.14	4.19	-2	1	2	12.44	-12.44
-17	0	6	4.72	4.27	-14	0	11	6.71	6.74	0	1	2	4.37	-4.62
-16	0	6	8.14	8.67	-13	0	11	14.70	14.77	1	1	2	17.77	-17.77
-15	0	6	37.47	37.47	-11	0	11	8.07	7.06	1	1	2	23.04	-23.04
-14	0	6	14.47	-14.47	-9	0	11	8.74	-8.71	4	1	2	11.16	-11.16
-13	0	6	17.07	-17.07	-8	0	11	9.47	-6.77	5	1	2	16.07	-16.07

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
6	1	2	18.39	-18.13	-14	1	7	3.13	-3.25	-3	1	12	19.60	-16.83
7	1	2	10.87	-10.44	-13	1	7	8.66	-8.53	-2	1	12	2.46	-3.57
8	1	2	15.42	-15.49	-12	1	7	18.43	-17.45	-1	1	12	6.17	6.15
9	1	2	7.45	7.14	-11	1	7	4.23	-3.76	1	1	12	19.63	11.22
10	1	2	5.49	5.20	-10	1	7	14.84	14.26	-10	1	13	3.94	-3.14
11	1	2	3.71	-2.60	-9	1	7	9.20	8.20	-10	1	13	12.00	12.11
12	1	2	6.99	-7.08	-8	1	7	8.83	-8.14	-11	1	13	6.73	6.88
13	1	2	3.30	-3.25	-7	1	7	19.60	-18.64	-10	1	13	6.17	6.21
-16	1	3	4.30	4.77	-5	1	7	17.40	-15.75	-9	1	13	6.34	-6.15
-15	1	3	3.77	3.67	-4	1	7	6.95	-7.47	-8	1	13	17.12	-17.17
-14	1	3	7.18	-7.05	-2	1	7	9.88	9.03	-5	1	13	9.55	10.24
-13	1	3	3.62	-3.20	-1	1	7	15.38	13.51	-4	1	13	11.22	12.1
-12	1	3	5.23	-5.05	0	1	7	11.05	-10.62	-1	1	13	10.74	-10.44
-10	1	3	22.39	22.62	2	1	7	2.95	-2.42	-16	1	14	5.26	5.17
-7	1	3	16.65	-15.62	3	1	7	7.28	-6.75	-14	1	14	7.22	-7.18
-5	1	3	2.50	-2.16	4	1	7	12.60	12.72	-13	1	14	5.07	-5.75
-4	1	3	2.67	2.45	5	1	7	14.95	13.74	-12	1	14	6.09	-5.71
-2	1	3	19.03	16.19	-17	1	8	6.14	-6.20	-10	1	14	12.64	12.75
-1	1	3	18.97	-10.27	-14	1	8	8.45	8.02	-9	1	14	9.08	5.67
0	1	3	9.45	-3.01	-13	1	8	7.09	7.52	-8	1	14	5.95	5.15
2	1	3	10.26	9.52	-12	1	8	7.96	-7.23	-7	1	14	7.59	-7.27
4	1	3	19.39	19.81	-11	1	8	12.74	-12.44	-6	1	14	9.30	-9.48
5	1	3	19.05	18.67	-10	1	8	16.13	-16.67	-5	1	14	6.77	-6.68
6	1	3	13.27	-13.16	-9	1	8	8.35	3.48	-3	1	14	9.57	10.24
7	1	3	14.83	-14.20	-8	1	8	11.73	10.86	-14	1	15	6.45	6.75
8	1	3	15.06	-15.15	-7	1	8	20.85	19.41	-8	1	15	8.39	-9.22
10	1	3	7.71	7.25	-6	1	8	22.20	20.48	-8	1	15	1.65	9.65
11	1	3	9.53	9.25	-5	1	8	20.21	-18.74	-3	1	15	10.13	-10.64
12	1	3	6.50	6.50	-4	1	8	9.60	-8.52	-2	1	16	5.46	6.21
17	1	4	3.74	-3.88	-3	1	8	17.65	-15.75	-1	1	16	4.90	5.18
-18	1	4	4.48	3.48	-2	1	8	5.94	-5.44	-10	1	16	6.44	6.25
-15	1	4	6.46	6.43	0	1	8	9.34	9.24	1	2	0	7.12	-7.15
-14	1	4	4.40	3.85	1	1	8	8.10	7.96	2	2	0	5.11	4.65
-13	1	4	3.54	2.54	2	1	8	11.03	-10.77	3	2	0	13.47	16.23
-12	1	4	11.60	-11.10	3	1	8	18.21	16.51	4	2	0	5.02	-5.49
-11	1	4	9.14	-9.57	4	1	8	9.33	-9.25	7	2	0	15.99	-17.1
-10	1	4	6.75	-6.26	5	1	8	3.15	-3.64	8	2	0	6.39	-7.64
-9	1	4	15.95	15.95	6	1	8	12.78	12.75	9	2	0	4.66	5.7
-7	1	4	3.07	2.46	-16	1	9	5.87	-6.03	10	2	0	4.7	-4.7
-6	1	4	3.86	3.04	-15	1	9	6.01	-6.21	11	2	0	9.82	10.54
-3	1	4	2.76	1.50	-14	1	9	3.74	-0.63	13	2	0	3.58	-3.81
-2	1	4	5.72	5.50	-13	1	9	3.09	2.56	-1	2	0	10.44	-10.57
0	1	4	17.02	16.17	-12	1	9	16.23	15.75	-12	2	1	7.34	-8.23
1	1	4	4.83	-4.57	-10	1	9	10.82	-9.40	-11	2	1	8.98	-9.61
2	1	4	23.32	-22.14	-9	1	9	13.27	-12.72	-10	2	1	2.16	3.49
3	1	4	6.47	6.01	-7	1	9	7.15	6.45	-9	2	1	14.01	14.15
4	1	4	7.15	6.59	-6	1	9	21.00	19.21	-8	2	1	10.06	11.17
6	1	4	24.63	24.25	-5	1	9	23.35	21.55	-7	2	1	17.04	18.58
7	1	4	13.44	12.78	-4	1	9	12.73	15.22	-6	2	1	10.54	11.41
8	1	4	10.25	-10.00	-3	1	9	10.89	-10.70	-5	2	1	24.21	-24.21
9	1	4	5.95	-5.82	-2	1	9	16.59	-16.18	-4	2	1	4.60	-5.28
10	1	4	11.06	-10.49	-1	1	9	21.44	-20.40	-3	2	1	8.44	-9.17
11	1	4	3.95	-3.32	1	1	9	12.83	12.81	-2	2	1	10.44	10.44
12	1	4	3.70	3.30	2	1	9	7.32	6.71	0	2	1	1.61	7.45
-17	1	5	5.10	-4.67	3	1	9	10.11	10.15	1	2	1	12.21	-13.23
-16	1	5	6.12	-6.10	4	1	9	5.73	-5.68	3	2	1	6.31	-6.71
-15	1	5	3.84	-3.17	5	1	9	3.68	-3.65	4	2	1	6.99	-6.4
-14	1	5	8.79	7.75	8	1	9	3.99	3.41	9	2	1	19.04	20.63
-13	1	5	8.44	8.06	-17	1	10	7.77	7.64	6	2	1	14.37	16.24
-12	1	5	11.38	12.07	-16	1	10	13.60	-12.63	9	2	1	11.79	-12.18
-10	1	5	21.75	-20.24	-13	1	10	11.95	-11.57	11	2	1	4.59	4.20
-7	1	5	11.34	-10.50	-11	1	10	5.53	4.47	12	2	1	4.34	4.64
-6	1	5	11.10	-10.70	-10	1	10	18.51	18.21	13	2	1	3.63	3.54
-5	1	5	13.25	17.49	-9	1	10	6.70	5.33	-13	2	2	7.62	0.33
-4	1	5	17.55	15.55	-8	1	10	5.18	-5.27	-12	2	2	4.74	4.68
-3	1	5	4.66	-3.77	-7	1	10	19.18	-18.00	-11	2	2	12.27	-10.77
0	1	5	21.27	-19.15	-6	1	10	22.45	-19.14	-10	2	2	5.15	-5.23
1	1	5	13.53	13.32	-5	1	10	6.18	5.72	-9	2	2	12.39	12.53
2	1	5	7.55	6.68	-4	1	10	5.87	5.23	-7	2	2	16.79	14.83
3	1	5	5.02	4.45	-3	1	10	21.61	20.66	-6	2	2	13.64	15.07
4	1	5	10.90	-10.12	-2	1	10	14.89	14.57	-5	2	2	12.73	13.57
5	1	5	17.23	-16.64	-1	1	10	4.23	-7.82	-6	2	2	15.61	-17.61
6	1	5	4.26	4.22	0	1	10	7.49	-7.78	-3	2	2	15.53	-16.77
7	1	5	10.31	-10.13	1	1	10	14.85	-10.71	-2	2	2	14.97	-16.75
8	1	5	3.40	-3.22	3	1	10	8.29	4.70	-1	2	2	2.51	1.77
-17	1	6	5.36	5.68	4	1	10	5.52	5.07	1	2	2	6.92	6.67
-15	1	6	7.41	-6.68	-16	1	11	5.01	5.05	2	2	2	6.11	6.45
-14	1	6	11.06	-10.44	-15	1	11	9.82	8.97	3	2	2	14.95	-15.32
-13	1	6	8.20	-7.74	-14	1	11	6.50	6.20	4	2	2	22.01	-23.40
-12	1	6	13.16	12.23	-12	1	11	14.39	-13.59	6	2	2	3.02	2.64
-11	1	6	16.44	14.52	-11	1	11	6.33	-6.40	7	2	2	13.01	13.28
-10	1	6	21.15	-20.07	-10	1	11	5.05	-5.06	8	2	2	4.66	4.21
-8	1	6	10.72	-10.48	-9	1	11	5.14	5.10	10	2	2	4.23	4.24
-7	1	6	16.95	-14.33	-8	1	11	13.16	13.01	11	2	2	8.44	-8.22
-6	1	6	23.62	-21.35	-7	1	11	3.60	-3.61	12	2	2	3.82	2.12
-4	1	6	21.76	19.75	-5	1	11	15.00	-15.42	-10	2	3	6.07	6.76
-3	1	6	7.26	6.74	-4	1	11	10.57	-9.97	-12	2	3	4.35	5.14
-2	1	6	7.80	7.01	-3	1	11	3.45	3.24	-11	2	3	10.09	10.21
0	1	6	21.12	-19.57	-2	1	11	6.30	6.21	-9	2	3	8.59	-8.68
1	1	6	9.70	-8.10	-1	1	11	16.26	16.26	-8	2	3	11.82	-12.01
2	1	6	13.40	12.46	1	1	11	3.02	-2.67	-7	2	3	17.44	-14.61
3	1	6	17.94	17.14	-14	1	12	9.32	9.89	-6	2	3	14.96	16.01
4	1	6	5.89	4.84	-13	1	12	6.39	9.49	-5	2	3	12.75	13.40
5	1	6	3.42	3.24	-12	1	12	4.29	4.90	-4	2	3	14.37	14.67
6	1	6	13.08	-12.61	-11	1	12	4.07	-2.72	-3	2	3	13.25	13.41
7	1	6	3.88	-3.74	-10	1	12	12.44	-12.70	-1	2	3	10.47	-10.84
8	1	6	2.40	3.17	-9	1	12	5.92	-6.26	0	2	3	8.31	-8.1
10	1	6	6.25	6.08	-8	1	12	4.51	-4.67	1	2	3	10.26	10.81
-16	1	7	5.92	6.12	-7	1	12	10.29	10.45	2	2	3	22.05	22.71
-15	1	7	5.81	5.96	-6	1	12	9.05	9.57	3	2	3	6.73	7.15

H	K	L	FD	FC	H	K	L	FD	FC	H	K	L	FD	FC
4	2	3	6.70	6.93	-3	2	8	0.17	0.05	1	3	1	23.12	-25.07
4	2	3	23.87	-26.82	-2	2	0	21.91	21.66	2	3	1	4.68	7.16
4	2	3	14.64	-14.60	0	2	0	3.35	-3.07	3	3	1	17.12	12.44
4	2	3	13.79	13.42	1	2	0	10.35	-10.22	4	3	1	6.60	7.48
9	2	3	6.03	6.70	2	2	0	10.74	-10.54	5	3	1	6.05	6.62
10	2	3	4.92	-3.97	3	2	0	3.83	3.22	6	3	1	6.33	-6.42
-13	2	4	8.37	-9.56	4	2	0	9.21	9.20	7	3	1	4.27	-4.23
-10	2	4	5.95	5.45	5	2	0	9.03	8.44	8	3	1	6.05	-6.21
-9	2	4	4.36	4.10	-15	2	0	9.57	9.70	9	3	1	6.02	6.04
-8	2	4	16.04	16.14	-14	2	0	6.94	6.61	10	3	1	3.31	2.03
-8	2	4	6.34	-6.45	-13	2	0	3.63	3.40	-12	3	2	6.60	-6.45
-15	2	4	15.83	-15.12	-11	2	0	12.53	-12.55	-12	3	2	5.04	-4.53
-6	2	4	10.23	-10.26	-9	2	0	10.24	-10.32	-10	3	2	2.92	-2.59
-5	2	4	14.44	-14.58	-8	2	0	4.91	-4.45	-9	3	2	6.03	6.52
-4	2	4	20.10	20.52	-8	2	0	13.25	12.66	-8	3	2	13.13	14.11
-3	2	4	18.22	18.05	-7	2	0	16.50	15.62	-7	3	2	4.05	7.51
1	2	4	8.60	-8.53	-6	2	0	7.53	7.29	-6	3	2	13.03	-12.70
2	2	4	19.40	-19.42	-5	2	0	5.47	5.25	-4	3	2	18.71	-15.62
3	2	4	11.04	11.49	-4	2	0	16.53	-20.57	-3	3	2	7.61	7.37
4	2	4	19.49	20.22	-3	2	0	13.79	-13.24	-1	3	2	13.71	14.82
5	2	4	6.72	6.99	-2	2	0	2.81	-3.04	0	3	2	3.25	3.19
6	2	4	3.11	2.68	-1	2	0	3.14	2.50	1	3	2	6.75	-7.03
7	2	4	12.60	-12.24	0	2	0	16.93	17.01	2	3	2	6.43	-6.46
8	2	4	7.23	-7.22	1	2	0	4.58	4.62	3	3	2	11.99	-13.01
9	2	4	5.63	-5.18	2	2	0	8.82	-8.82	4	3	2	9.39	9.42
11	2	4	6.66	6.45	3	2	0	8.85	-8.32	5	3	2	5.44	5.45
-15	2	5	5.73	6.85	7	2	0	7.55	6.74	6	3	2	7.14	7.40
-14	2	5	8.00	8.02	-16	2	10	4.96	-4.47	7	3	2	3.94	4.35
-12	2	5	5.41	-5.28	-15	2	10	6.54	-6.53	8	3	2	8.62	-8.67
-11	2	5	14.43	-15.00	-10	2	10	6.23	5.21	-9	3	2	2.64	-2.87
-10	2	5	5.27	-5.95	-12	2	10	5.48	5.01	-10	3	3	11.29	-11.53
-9	2	5	3.77	4.00	-11	2	10	11.46	11.62	-7	3	3	5.70	6.02
-8	2	5	16.71	16.26	-9	2	10	14.98	-14.97	3	3	3	13.57	14.26
-7	2	5	22.71	22.47	-8	2	10	6.52	-6.56	-2	3	3	2.50	-2.50
-6	2	5	11.42	-11.49	-7	2	10	9.69	-9.48	-2	3	3	5.41	-6.25
-5	2	5	9.64	-9.55	-6	2	10	12.05	11.55	0	3	3	7.14	7.32
-4	2	5	24.65	-25.11	-5	2	10	16.24	16.24	-1	3	3	4.15	4.15
-3	2	5	19.56	-19.61	-4	2	10	8.22	7.85	1	3	3	19.62	20.15
-2	2	5	18.10	17.79	-2	2	10	14.75	-14.77	2	3	3	3.72	-2.75
-1	2	5	16.70	15.78	-1	2	10	7.28	-7.28	3	3	3	9.15	-9.17
0	2	5	24.70	24.77	0	2	10	6.35	-6.47	4	3	3	7.64	7.64
1	2	5	17.34	-11.82	1	2	10	3.35	2.57	5	3	3	6.19	-9.12
2	2	5	13.33	-13.00	2	2	10	10.24	9.35	6	3	3	6.49	6.11
3	2	5	13.14	-12.72	-17	2	11	4.59	5.20	7	3	3	8.69	6.77
4	2	5	10.65	10.45	-11	2	11	3.86	-4.33	8	3	3	6.64	6.64
5	2	5	5.29	5.24	-13	2	11	9.56	-9.44	9	3	3	4.78	-3.67
6	2	5	6.45	6.55	-12	2	11	5.95	-5.29	-12	3	4	5.75	6.17
7	2	5	3.95	2.51	-11	2	11	6.52	-6.77	-11	3	4	6.77	6.77
8	2	5	8.64	-8.23	-9	2	11	10.78	-10.77	-10	3	4	3.87	3.74
-16	2	6	5.77	-5.71	-7	2	11	2.69	-2.60	-9	3	4	6.93	-6.94
-15	2	6	3.90	-2.85	-6	2	11	6.95	-7.37	-8	3	4	12.54	-12.55
-13	2	6	12.71	12.72	-6	2	11	6.40	-6.78	-6	3	4	6.78	-6.78
-12	2	6	7.26	7.40	-5	2	11	7.32	-7.25	-5	3	4	15.70	17.1
-9	2	6	23.16	-22.97	-4	2	11	12.78	12.44	-4	3	4	12.60	14.22
-8	2	6	5.67	-5.65	-3	2	11	5.25	5.44	-3	3	4	2.62	-2.62
-7	2	6	3.64	3.71	-2	2	11	3.66	3.99	-2	3	4	3.64	-3.64
-6	2	6	15.72	15.18	-1	2	11	2.69	2.43	-1	3	4	10.17	-9.14
-5	2	6	20.74	20.25	0	2	11	10.77	-10.44	0	3	4	6.17	-6.17
-4	2	6	5.53	-5.37	-15	2	12	5.17	5.17	1	3	4	3.12	-3.12
-3	2	6	9.37	-9.39	-12	2	12	4.13	-4.46	2	3	4	10.13	10.13
-1	2	6	5.92	-6.95	-11	2	12	10.61	-10.66	3	3	4	14.77	14.77
0	2	6	11.14	10.75	-6	2	12	4.96	-3.68	4	3	4	3.27	-3.27
1	2	6	7.60	7.46	-5	2	12	8.41	-9.70	5	3	4	11.21	-11.21
2	2	6	21.17	20.44	-4	2	12	5.43	-5.49	7	3	4	5.86	-6.14
3	2	6	4.66	-4.06	-2	2	12	6.05	6.23	10	7	4	5.34	-5.34
4	2	6	8.39	-8.17	0	2	12	5.65	5.22	-13	3	5	3.68	-3.68
5	2	6	3.23	-3.20	2	2	12	6.44	-6.44	-12	3	5	5.45	-5.72
6	2	6	4.43	-4.45	-13	2	13	7.51	7.76	-10	3	5	11.09	11.09
7	2	6	4.04	4.35	-12	2	13	8.67	9.07	-9	3	5	6.62	-6.62
-15	2	7	8.03	-8.12	-11	2	13	6.08	-6.13	-8	3	5	6.72	-6.72
-14	2	7	8.03	-7.77	-10	2	13	7.35	-7.44	-7	3	5	8.24	-8.24
-13	2	7	3.71	-3.17	-9	2	13	8.23	-8.62	-6	3	5	15.80	-15.80
-12	2	7	8.15	1.68	-7	2	13	3.78	3.56	-5	3	5	7.37	-7.37
-11	2	7	15.20	14.15	-6	2	13	9.07	9.23	-3	3	5	14.49	14.49
-10	2	7	7.98	7.52	-4	2	13	6.65	-6.92	-2	3	5	10.29	10.29
-9	2	7	5.61	5.58	-2	2	13	6.30	-6.49	-1	3	5	7.21	7.21
-8	2	7	10.71	10.75	-11	2	14	10.75	10.75	0	3	5	4.78	-4.78
-7	2	7	18.99	-18.42	-7	2	14	11.29	-11.32	1	3	5	20.45	-20.34
-6	2	7	2.86	1.53	-13	2	15	6.44	-6.49	4	3	5	5.32	5.17
-5	2	7	5.94	5.24	-6	2	15	6.62	-6.62	5	3	5	9.05	9.05
-4	2	7	19.97	19.97	1	3	0	7.7	15.48	-13	3	6	3.27	-3.24
-3	2	7	12.38	11.76	2	3	0	11.95	12.75	-12	3	6	6.21	-6.17
-2	2	7	13.67	-12.70	3	3	0	13.34	14.56	-11	3	6	6.84	-6.61
-1	2	7	4.77	4.77	4	3	0	12.49	-12.49	-10	3	6	9.05	-9.05
0	2	7	16.71	-16.21	5	3	0	9.43	-9.56	-8	3	6	8.67	8.67
1	2	7	10.67	9.97	6	3	0	7.10	-7.42	-7	3	6	7.21	7.12
2	2	7	12.33	11.10	7	3	0	6.20	-6.24	-6	3	6	11.62	11.62
3	2	7	6.07	7.55	8	3	0	12.33	12.71	-5	3	6	12.41	-12.12
4	2	7	6.77	-6.71	9	3	0	5.30	5.42	-4	3	6	9.16	-9.10
5	2	7	4.17	-4.14	10	3	0	5.11	-5.16	-3	3	6	3.23	-3.53
6	2	7	8.78	-8.32	-10	3	0	10.11	10.11	-2	3	6	4.78	-4.78
-10	2	8	4.43	3.44	-9	3	1	3.32	3.74	-1	3	6	13.63	13.77
-12	2	8	8.51	-8.66	-6	3	1	3.22	-3.72	0	3	6	7.76	7.76
-11	2	8	4.68	-3.61	-5	3	1	9.06	-9.65	1	3	6	12.14	12.14
-10	2	8	5.07	3.44	-4	3	1	12.14	-12.14	2	3	6	6.10	-6.10
-9	2	8	4.00	4.68	-4	3	1	5.81	5.35	3	3	6	8.16	-7.77
-8	2	8	70.19	20.12	-3	3	1	20.77	22.48	4	3	6	7.69	7.12
-7	2	8	3.13	2.53	-2	3	1	5.05	5.45	-2	3	6	6.64	6.64
-6	2	8	15.41	-13.72	-1	3	1	9.71	-10.43	-10	3	7	7.05	-7.16
-5	2	8	19.13	-18.52	0	3	1	6.59	-7.22	-9	3	7	2.98	-2.75

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-6	5	7	10.61	-10.83	-4	3	11	4.17	5.05	-9	4	6	6.03	-6.52
-7	1	7	3.61	2.23	-10	3	12	6.56	6.25	-7	4	4	5.12	5.05
-8	2	7	9.62	9.19	-7	3	12	5.73	-5.64	-6	4	4	5.18	5.11
-9	3	7	7.48	7.35	-3	3	12	4.03	6.42	-9	4	4	4.66	4.65
-10	4	7	3.61	3.60	-12	3	12	4.36	-5.91	-4	4	4	6.67	-6.42
-11	5	7	11.87	-11.66	-8	3	13	9.01	0.15	-3	4	4	-4.1	-4.1
-12	6	7	4.29	-4.11	-4	3	13	6.89	-6.52	-2	4	4	10.15	-10.20
-13	7	7	7.50	-7.40	-3	3	14	5.74	-5.70	0	4	4	10.44	10.56
0	3	7	4.24	4.17	-5	3	15	3.23	2.72	1	4	4	3.25	2.09
1	3	7	13.04	12.22	0	4	0	17.41	10.10	2	4	4	6.51	7.13
2	3	7	3.00	3.57	3	4	0	4.10	-4.49	3	4	4	3.23	-3.44
3	3	7	6.53	-6.22	4	4	0	11.12	-11.40	4	4	4	7.12	-7.22
4	3	7	7.02	-6.61	7	4	0	6.36	6.43	-11	4	5	5.52	5.46
-13	3	0	9.02	-8.26	-11	4	1	3.81	3.37	-8	4	5	5.81	-5.55
-12	3	0	4.14	3.24	-5	4	1	4.30	-5.10	-7	4	5	9.16	-8.60
-11	3	0	5.34	5.51	-7	4	1	7.06	-6.75	-6	4	5	4.24	4.14
-10	3	0	8.43	8.05	-6	4	1	7.12	6.32	-4	4	5	7.33	7.42
-9	3	0	4.68	-4.44	-5	4	1	8.46	8.27	-3	4	5	6.64	7.01
-8	3	0	8.13	-8.29	-3	4	1	4.30	4.40	-2	4	5	6.49	-6.10
-7	3	0	8.55	-9.46	-2	4	1	9.85	-9.38	-1	4	5	4.46	-4.12
-6	3	0	10.83	10.26	-1	4	1	6.35	-6.36	0	4	5	7.44	-7.54
-5	3	0	4.68	4.24	1	4	1	3.64	3.31	2	4	5	4.76	4.15
-4	3	0	7.97	8.05	2	4	1	9.38	9.56	3	4	5	4.14	4.20
-3	3	0	3.15	3.66	4	4	1	2.47	2.54	-9	4	6	8.57	8.19
-2	3	0	13.25	-13.52	5	4	1	7.39	-7.62	-6	4	6	5.61	-5.28
-1	3	0	4.45	-4.46	6	4	1	5.11	-5.22	-5	4	6	7.40	-6.54
0	3	0	3.99	-4.42	-11	4	2	3.96	3.89	-2	4	6	4.19	9.77
1	3	0	4.72	4.77	-10	4	2	-1.15	0	-5	4	6	-3.15	-3.15
2	3	0	8.72	8.40	-7	4	2	6.10	-6.15	-2	4	6	7.13	-7.73
-12	3	0	8.54	-8.68	-6	4	2	3.99	-4.14	-11	4	7	5.69	-4.70
-11	3	0	4.36	4.16	-5	4	2	4.22	-4.03	-4	4	7	7.31	-7.11
-10	3	0	4.87	5.08	-4	4	2	6.47	6.47	-3	4	7	4.83	-4.82
-9	3	0	12.65	12.79	-3	4	2	4.66	4.42	-2	4	7	4.76	4.74
-8	3	0	4.02	-3.62	-2	4	2	6.05	5.66	0	4	7	5.13	5.52
-7	3	0	8.05	-8.49	0	4	2	-10.73	-11.09	-13	4	8	6.31	6.25
-6	3	0	9.52	-9.22	2	4	2	3.34	-3.30	-9	4	8	6.63	-7.15
-5	3	0	8.24	-8.26	3	4	2	4.10	4.03	-5	4	8	6.62	6.16
-4	3	0	8.47	6.10	4	4	2	7.47	7.56	-2	4	8	8.05	-7.49
-3	3	0	7.77	7.10	-11	4	3	4.33	-3.60	-2	4	8	6.31	6.25
-2	3	0	10.52	10.47	-8	4	3	3.30	3.28	-10	4	9	3.63	3.44
-1	3	0	6.31	-6.71	-7	4	3	6.61	6.65	-7	4	9	4.82	-4.73
0	3	0	6.59	5.63	-6	4	3	10.21	9.78	-6	4	9	6.85	-6.44
-10	3	10	9.60	-9.70	-5	4	3	3.12	-3.12	-11	4	10	4.67	-4.41
-9	3	10	8.66	8.60	-4	4	3	3.51	-3.61	-4	5	0	4.02	3.66
-8	3	10	9.57	9.49	-3	4	3	4.27	-4.46	-5	5	1	3.56	3.13
-7	3	10	3.61	-3.61	-2	4	3	10.21	9.78	-6	5	1	4.67	-4.67
-6	3	10	9.59	-9.56	-1	4	3	3.23	3.29	1	5	1	7.12	6.40
-5	3	10	5.63	-6.45	0	4	3	3.09	3.17	-1	5	2	3.71	-3.75
-4	3	10	5.07	4.44	1	4	3	3.54	-3.59	-3	5	3	5.69	5.06
-3	3	10	5.46	5.22	2	4	3	7.33	-7.41	-5	5	4	4.44	-4.14
-2	3	11	6.80	7.07	4	4	3	3.17	-2.61	-3	5	5	4.55	-4.82
-1	3	11	10.21	-10.23	5	4	3	8.47	0.25	-1	5	6	3.78	3.72

vor dem letzten least-squares- Zyklus ausgesonderte
Reflexe:

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-4	0	0	31.43	-36.46	4	0	4	30.87	-28.74	-1	1	2	25.72	-26.37
-3	0	1	32.46	-35.50	-8	0	5	27.12	-23.16	3	1	2	28.42	28.24
-2	0	1	42.18	-45.73	-7	0	5	35.34	-31.05	-6	1	3	33.89	-34.40
-1	0	1	34.24	-32.92	-4	0	5	42.96	-37.10	-7	1	3	47.46	-47.96
0	1	1	26.16	24.45	-3	0	5	34.06	-29.52	1	1	3	42.71	-43.55
1	1	1	46.15	53.62	-2	0	5	30.52	-26.62	3	1	3	25.30	24.22
2	1	1	26.15	-30.78	-1	0	5	31.16	-26.89	-8	1	4	28.13	26.67
-7	0	2	30.46	-28.22	0	0	5	44.08	-40.35	-5	1	4	42.67	-40.15
-6	0	2	27.23	-24.57	-9	0	6	36.33	-32.46	-4	1	4	36.44	-34.43
-5	0	2	27.67	-22.90	-5	0	6	33.65	-29.12	-1	1	4	47.94	46.52
-4	0	2	29.74	-25.96	-6	0	6	45.81	-40.14	3	1	4	29.56	-26.18
-3	0	2	30.48	-25.74	-7	0	6	45.81	-40.14	3	1	4	29.56	-26.18
-2	0	2	28.10	23.69	2	0	6	33.41	-30.46	-6	1	5	36.58	32.68
-1	0	2	53.23	-50.15	-7	0	7	30.22	-27.07	-3	1	5	44.11	-45.24
0	0	2	28.19	26.70	-4	0	7	24.50	-25.63	-2	1	5	31.89	-28.21
1	0	2	35.88	36.70	0	0	7	26.02	-23.78	1	1	5	45.11	42.74
2	0	2	29.99	27.42	-9	0	8	31.87	-29.26	-5	1	6	26.36	24.55
-8	0	3	27.57	-23.56	-5	0	8	30.25	-27.30	-1	1	6	32.95	-30.52
-7	0	3	25.81	-21.98	-2	0	8	32.77	-30.11	-8	1	7	25.80	23.45
-6	0	3	27.42	-22.97	2	0	8	25.26	-23.62	-3	1	7	27.21	-25.76
-5	0	3	28.84	-24.42	-7	0	9	26.71	-24.05	1	1	7	29.77	-27.98
-4	0	3	44.21	-39.21	-4	0	9	31.59	-28.99	-1	1	8	27.40	26.12
-3	0	3	37.04	-33.63	-5	0	10	24.42	-24.44	-8	1	9	28.91	-25.55
-2	0	3	36.52	36.21	1	1	0	29.68	-30.45	0	2	0	48.64	-61.55
-1	0	3	28.54	29.74	2	1	0	28.06	-35.57	4	2	0	36.36	34.60
0	0	3	26.35	22.85	-3	1	0	29.24	-36.64	-2	2	1	28.56	30.47
-8	0	4	37.41	-32.21	1	1	1	31.23	-31.93	2	2	1	28.94	-22.00
-7	0	4	36.96	-31.47	3	1	1	48.27	64.74	0	2	2	29.26	32.07
-6	0	4	63.45	-61.47	3	1	1	27.72	-30.09	-2	2	3	25.67	-27.14
-5	0	4	50.74	-46.77	-5	1	2	28.84	-30.19	-2	2	4	32.94	33.18
-4	0	4	31.37	20.70	-4	1	2	27.95	-29.30	-2	2	4	24.81	-24.81
-3	0	4	31.37	20.70	-4	1	2	31.53	35.16	-2	2	6	27.24	-26.55

8.8. Strukturfaktoren des CsHg(SCN)₃

M	K	L	F ₀	F _C	M	K	L	F ₀	F _C	M	K	L	F ₀	F _C
3	0	6	14.67	-13.58	-3	3	12	3.15	-3.13	7	1	0	4.24	4.17
4	3	0	13.23	12.54	-2	3	12	23.23	23.72	1	1	0	2.44	2.52
5	0	6	17.13	16.95	-1	3	12	14.36	15.17	9	1	0	1.24	1.24
8	0	6	2.24	3.95	0	3	12	16.50	16.53	12	1	0	3.62	4.03
8	0	6	6.57	-6.27	1	3	12	16.22	16.53	-6	1	1	6.67	6.41
10	0	6	6.43	6.69	2	0	12	8.98	16.12	-4	1	1	5.02	5.24
-11	0	2	5.06	-6.87	3	0	12	4.71	4.35	-3	1	1	3.97	3.61
-9	3	2	18.06	-19.20	4	0	12	8.93	8.76	-2	1	1	5.76	5.17
-8	3	2	5.14	4.81	5	0	12	4.95	-4.64	-1	1	1	2.57	2.18
-7	0	2	37.12	-17.23	6	3	12	11.31	11.13	-1	1	1	5.23	4.67
-6	0	2	12.51	11.31	7	3	12	4.56	4.43	2	1	1	2.87	2.18
-3	3	2	12.24	10.92	8	0	12	7.34	7.40	6	1	1	2.24	2.12
-2	3	2	4.42	-4.28	-11	1	14	5.15	-5.21	-12	1	2	4.73	4.74
-1	0	2	13.06	13.20	-10	0	14	8.87	-8.75	-11	1	2	4.91	5.24
0	3	2	8.64	9.58	-9	0	14	6.10	-5.92	-10	1	2	8.24	-8.45
1	3	2	8.39	-8.47	-8	0	14	11.85	-11.74	-9	1	2	2.74	-2.14
2	0	2	8.64	8.05	-7	0	14	4.22	4.27	-6	1	2	10.04	-9.64
3	0	2	14.19	-13.65	-6	0	14	3.95	-3.68	-7	1	2	19.41	-19.47
4	2	2	24.63	24.77	-5	0	14	4.21	-4.26	-6	1	2	7.54	-6.61
5	0	2	15.41	14.84	-4	0	14	2.42	2.40	-4	1	2	3.91	-3.01
6	0	2	12.12	11.92	-3	0	14	12.43	-12.77	-4	1	2	17.73	-16.75
7	0	2	13.42	20.03	-2	0	14	18.27	18.56	-2	1	2	11.64	-10.75
8	3	2	18.42	18.31	-1	0	14	14.26	-14.36	0	1	2	21.40	-24.11
11	3	2	7.95	8.37	0	0	14	6.51	6.12	-1	1	2	3.14	-3.17
-13	0	4	3.62	-3.90	1	0	14	13.12	-12.94	2	1	2	13.01	-13.16
-12	0	4	3.37	-4.28	2	0	14	2.96	-2.64	4	1	2	7.23	6.55
-9	3	4	7.23	-6.45	3	0	14	6.49	6.23	7	1	2	13.61	-13.16
-8	3	4	3.99	3.79	5	0	14	8.37	8.03	7	1	2	4.23	-4.45
-7	0	4	17.61	-17.24	7	0	14	5.02	5.11	6	1	2	4.65	4.27
-6	0	4	16.32	16.34	8	0	14	3.70	3.66	11	1	2	3.62	3.98
-5	0	4	8.75	-8.75	9	0	14	3.06	3.06	13	1	2	1.51	-1.68
1	3	4	11.03	10.91	-11	0	16	5.85	-6.25	-11	1	3	2.63	-2.47
3	0	4	10.26	9.73	-10	0	16	5.60	5.71	-10	1	3	2.63	-2.47
4	0	4	2.92	2.41	-9	0	16	5.39	-5.73	-6	1	3	5.34	-4.73
5	0	4	8.72	7.71	-8	0	16	8.98	8.94	-8	1	3	3.37	-3.43
6	0	4	7.57	7.31	-7	0	16	3.66	-3.28	-1	1	3	3.63	3.76
9	3	4	4.44	4.44	-6	3	16	3.77	-3.73	0	1	3	1.64	1.58
11	3	4	5.14	6.13	-5	3	16	7.84	-7.74	1	1	3	1.98	1.65
13	0	4	2.53	3.77	-4	0	16	15.00	-14.52	2	1	3	7.32	7.43
-14	0	6	3.19	4.98	-3	0	16	16.42	-16.41	4	1	3	3.55	-3.26
-12	0	6	5.64	5.20	-2	0	16	16.71	-16.50	-11	1	4	2.63	2.35
-11	0	6	2.44	2.40	-1	0	16	16.17	-16.50	-10	1	4	4.03	-3.92
-8	0	6	17.78	-17.57	0	0	16	4.29	-4.12	-9	1	4	4.05	-4.05
-6	0	6	18.02	-17.15	1	0	16	13.25	-12.12	-8	1	4	7.81	-7.45
-5	0	6	7.09	-6.27	2	0	16	4.37	4.54	-7	1	4	6.25	7.52
-4	0	6	15.56	-15.29	3	0	16	3.79	-3.70	4	1	4	10.17	9.73
-3	0	6	19.70	-19.56	6	0	16	-4.03	-4.08	9	1	4	2.26	2.26
-2	0	6	9.33	-8.54	7	3	16	3.27	3.25	-2	1	4	24.76	-2.96
-1	0	6	10.18	10.25	-9	0	18	3.62	-3.61	-2	1	4	16.37	16.46
1	0	6	8.05	-8.05	-8	0	18	4.71	4.71	10	1	4	9.98	9.98
3	0	6	12.37	12.52	-7	3	18	8.13	-8.40	3	1	4	11.65	-11.23
3	8	6	5.07	5.25	-6	3	18	2.49	2.54	4	1	4	22.40	-22.49
6	0	6	19.13	-19.37	-5	3	18	6.81	-6.91	5	1	4	5.23	-5.23
7	0	6	8.75	-8.66	-3	3	18	3.72	3.51	6	1	4	5.42	-5.42
8	0	6	6.66	-6.81	-2	3	18	6.29	-6.41	7	1	4	6.25	-6.29
9	0	6	5.43	-5.71	-1	3	18	9.78	-10.05	9	1	4	7.92	-8.25
10	3	6	2.65	2.65	0	3	18	3.05	-8.13	10	1	4	2.32	-1.33
-12	0	8	5.99	6.50	1	0	18	2.47	2.40	11	1	4	3.67	-3.17
-10	0	8	3.44	3.47	2	3	18	7.86	-7.80	-6	1	5	4.77	-4.49
-7	3	8	18.52	18.24	3	0	18	4.95	-4.70	-4	1	5	3.28	-3.16
-6	3	8	2.97	-2.64	4	0	18	5.73	-5.86	-2	1	5	15.73	-15.43
-4	0	8	13.67	-13.26	5	3	18	5.81	-5.65	-1	1	5	3.83	-4.61
-3	0	8	21.34	22.23	6	0	18	4.69	-4.75	0	1	5	1.75	1.65
-1	0	8	3.26	3.04	8	0	18	3.17	-3.44	1	1	5	7.20	6.74
0	0	8	2.25	-1.87	-12	0	18	2.26	-3.35	2	1	5	3.04	3.04
2	0	8	9.95	-9.93	-7	0	20	5.96	5.78	3	1	5	3.04	3.04
3	0	8	11.43	-11.45	-6	0	20	7.25	7.06	4	1	5	3.51	-3.23
4	0	8	6.52	-6.52	8	0	20	9.00	8.83	5	1	5	2.19	1.28
6	0	8	10.64	-10.86	-3	3	20	4.54	3.48	6	1	5	2.77	2.77
8	0	8	3.86	-3.90	-2	0	20	5.43	5.01	-12	1	6	7.89	7.10
9	3	8	3.86	-3.66	-1	0	20	4.19	4.05	-10	1	6	14.05	14.22
11	3	8	6.74	-6.74	0	3	20	4.38	-4.38	-9	1	6	3.24	3.24
-14	3	10	3.73	-3.81	1	0	20	3.12	2.85	-8	1	6	16.27	17.77
-13	3	10	3.22	3.55	2	0	20	7.08	-7.05	-7	1	6	11.90	11.72
-11	3	10	6.03	6.37	3	3	20	2.76	2.56	-6	1	6	5.63	5.75
-10	3	10	2.83	2.47	4	0	20	2.32	-2.33	-5	1	6	3.89	3.89
-9	3	10	7.68	7.40	-9	0	22	5.23	5.55	-4	1	6	4.11	-3.89
-6	0	10	14.71	14.77	-7	0	22	9.85	10.07	-3	1	6	6.26	-5.52
-5	0	10	14.27	14.72	-6	0	22	3.88	-3.65	-2	1	6	7.37	6.15
-4	0	10	11.62	11.23	-9	0	22	4.46	4.52	-1	1	6	18.28	-16.73
-3	0	10	16.31	16.27	-4	0	22	4.21	-4.20	1	1	6	9.57	-9.77
-2	0	10	10.16	-10.24	-3	0	22	3.26	2.97	2	1	6	20.44	21.74
-1	0	10	12.36	-12.36	-2	0	22	2.78	2.50	3	1	6	6.46	6.46
-7	0	10	13.33	-13.67	3	0	22	4.01	3.76	4	1	6	2.35	-2.60
-1	3	10	18.54	19.69	3	0	22	6.37	6.28	5	1	6	7.60	7.77
0	3	10	3.06	-2.57	5	0	22	3.86	3.55	6	1	6	16.62	-16.71
1	0	10	4.35	4.73	-4	3	24	4.73	-4.12	7	1	6	3.17	3.17
2	0	10	18.63	19.03	-4	0	24	3.34	-3.16	8	1	6	13.37	-13.77
4	0	10	22.01	22.24	-3	0	24	5.60	-5.09	9	1	6	3.49	-3.17
5	0	10	4.62	-4.33	-1	0	24	3.14	2.88	10	1	6	6.84	-6.44
6	0	10	7.25	7.22	4	0	24	4.74	3.74	11	1	6	1.67	-1.67
7	0	10	3.45	-3.44	-2	0	24	4.92	4.62	-5	1	7	2.14	1.10
10	0	10	3.29	-3.00	-10	0	26	4.24	-4.21	-5	1	7	3.75	3.75
-11	0	12	7.24	6.60	-8	2	26	2.87	-2.25	-6	1	7	4.19	-4.19
-13	0	12	6.74	-7.04	-8	0	28	4.70	-4.54	-1	1	7	5.86	-5.86
-8	0	12	6.24	-6.28	-8	3	28	4.91	-4.53	0	1	7	3.37	3.37
-7	0	12	6.43	-5.05	-1	0	28	4.22	-4.08	2	1	7	3.87	3.87
-12	0	12	6.11	6.76	1	0	28	4.76	4.76	3	1	7	6.46	-6.00
-5	0	12	13.65	-13.93	3	1	0	1.92	0.91	4	1	7	1.84	-1.71
-4	0	12	17.27	17.21	6	1	0	11.69	11.20	6	1	7	3.91	3.74

	H	K	L	F0	FC	H	K	L	F0	FC	H	K	L	F0	FC
-10	1	8	7.68	7.26	1	1	16	8.23	-8.05	-8	2	3	2.23	-2.22	
-9	1	8	9.15	-9.16	2	1	16	2.71	-0.85	-7	2	3	2.52	-2.22	
-8	1	8	16.53	16.48	3	1	16	14.47	-14.41	-6	2	3	10.54	-10.15	
-7	1	8	11.35	-11.13	4	1	16	2.33	2.15	-5	2	3	10.11	9.77	
-6	1	8	12.78	12.36	5	1	16	8.78	-8.19	-4	2	3	7.61	-7.24	
-5	1	8	2.32	2.21	6	1	16	7.67	3.54	-3	2	3	6.59	6.52	
-4	1	8	7.63	7.10	7	1	16	3.65	-3.78	-2	2	3	4.33	-2.45	
-2	1	8	8.95	9.03	-8	1	17	2.21	-2.22	0	2	3	3.63	-4.16	
1	1	8	8.69	9.40	-6	1	17	3.01	-3.12	1	2	3	3.47	9.72	
4	1	8	17.32	20.33	-4	1	17	2.58	-2.50	2	2	3	7.64	-7.43	
2	1	8	14.48	14.66	1	1	17	1.90	1.63	4	2	3	11.43	-11.13	
4	1	8	6.50	6.29	-11	1	10	5.14	5.15	5	2	3	6.17	6.85	
7	1	8	7.48	7.43	-9	1	16	7.07	7.07	6	2	3	3.41	-3.25	
8	1	8	2.35	-1.37	-6	1	10	4.73	4.55	7	2	3	4.23	4.31	
9	1	8	7.25	6.50	-7	1	10	2.74	2.53	6	2	3	4.45	-4.44	
10	1	8	3.27	-3.43	-6	1	10	9.31	9.37	10	2	3	2.03	-1.58	
-6	1	9	2.76	2.48	-5	1	16	7.23	-7.27	-12	2	4	3.74	3.54	
-4	1	9	3.43	3.00	-4	1	18	11.67	11.67	-10	2	4	3.61	3.51	
-2	1	9	6.33	6.55	-3	1	13	8.41	-8.21	-9	2	4	5.15	5.16	
1	1	9	2.26	2.32	-2	1	18	8.38	8.85	-8	2	4	2.43	-2.74	
-13	1	10	2.23	-3.42	0	1	18	6.91	6.57	-7	2	4	17.12	16.84	
-12	1	10	4.93	-5.11	1	1	10	8.37	8.02	-6	2	4	9.52	-9.45	
-11	1	10	2.42	-2.51	2	1	18	3.32	3.45	-4	2	4	7.15	6.52	
-10	1	10	8.55	-8.70	3	1	18	4.70	4.63	-1	2	4	6.28	6.78	
-9	1	10	2.67	-2.16	7	1	18	2.58	-2.58	16	4	4	11.55	-11.75	
-8	1	10	2.94	-2.77	1	1	19	2.52	-2.64	2	2	4	16.44	16.70	
-7	1	10	2.68	-2.43	-12	1	20	3.28	3.53	3	2	4	13.96	-13.57	
-6	1	10	11.77	11.24	-8	1	20	2.77	-2.57	4	2	4	6.51	-6.57	
-4	1	10	10.61	10.44	-4	1	20	6.45	6.75	5	2	4	1.38	-1.37	
-3	1	10	5.25	5.32	-2	1	20	13.48	13.12	6	2	4	6.35	-6.42	
-2	1	10	4.17	-3.71	0	1	20	12.52	12.22	9	2	4	2.33	-2.09	
1	1	10	12.83	12.62	2	1	20	2.49	2.49	13	4	4	4.20	-4.39	
3	1	10	18.10	-18.88	3	1	20	3.40	3.27	13	4	4	2.55	-2.55	
1	1	10	22.42	23.14	5	1	20	5.23	5.23	-11	2	5	2.45	2.41	
2	1	10	11.93	-12.05	-2	1	21	2.21	2.14	-10	2	5	2.82	2.47	
3	1	10	16.77	16.62	2	1	21	2.58	2.58	-9	2	5	3.01	2.13	
5	1	10	9.43	9.67	-11	1	22	5.52	-6.37	-6	2	5	2.64	2.64	
6	1	10	13.53	13.73	-9	1	22	6.03	-6.18	-5	2	5	9.24	8.46	
7	1	10	9.55	8.09	-5	1	22	3.94	4.44	-3	2	5	3.67	7.60	
8	1	10	7.46	8.21	-3	1	22	3.41	3.69	-2	2	5	17.81	-17.87	
-7	1	11	2.22	-2.08	-2	1	22	6.17	-5.85	0	2	5	5.03	5.01	
-1	1	11	3.92	3.64	5	1	22	4.36	3.78	1	2	5	5.03	5.01	
1	1	11	6.46	-6.48	-7	1	24	3.76	3.76	2	2	5	2.84	-2.73	
-2	1	11	2.75	2.74	-5	1	24	4.20	-4.16	3	2	5	15.16	-15.11	
1	1	11	2.17	-2.09	-4	1	24	5.43	-5.57	5	2	5	3.65	-3.64	
1	1	11	7.15	7.12	-3	1	24	2.07	-3.04	6	2	5	7.23	6.52	
1	1	11	2.42	2.42	-2	1	24	6.45	-6.15	7	2	5	3.41	-3.26	
2	1	11	3.57	3.41	-1	1	24	3.33	3.21	9	2	5	4.25	-4.25	
-5	1	11	2.77	2.79	0	1	24	4.68	-4.46	-14	2	6	3.26	-3.23	
-13	1	12	3.77	-4.25	0	1	24	2.75	2.72	-12	2	6	5.22	-5.74	
-10	1	12	4.61	-4.10	2	1	24	7.32	-7.12	-8	2	6	3.63	-3.63	
-9	1	12	4.65	4.59	-9	1	26	2.57	2.00	-8	2	6	16.06	16.01	
-8	1	12	13.71	-13.04	-8	1	26	4.59	-4.64	-6	2	6	18.75	18.71	
-7	1	12	7.77	6.80	-6	1	26	3.27	-2.78	-5	2	6	16.27	15.65	
-6	1	12	20.32	-20.56	2	1	26	4.75	-4.69	-4	2	6	8.23	8.23	
-5	1	12	5.24	-5.35	-7	1	28	4.42	4.25	-3	2	6	21.33	21.30	
-4	1	12	19.14	-19.05	-5	1	28	4.52	4.48	-2	2	6	3.41	-2.53	
-3	1	12	16.75	-17.23	1	2	0	9.96	-2.59	-1	2	6	13.03	13.04	
-2	1	12	3.23	-3.21	3	2	0	9.96	-0.27	0	2	6	9.14	9.14	
-1	1	12	13.29	-13.55	4	2	0	7.35	-6.82	1	2	6	3.63	-3.67	
1	1	12	5.12	5.13	5	2	0	10.33	-10.47	3	2	6	6.77	-6.16	
3	1	12	11.53	11.77	6	2	0	7.32	6.94	6	2	6	17.01	17.84	
4	1	12	4.63	-4.41	7	2	0	7.67	-7.47	7	2	6	7.12	6.56	
5	1	12	6.54	6.84	8	2	0	3.01	-3.25	8	2	6	3.26	2.25	
9	1	12	3.35	-2.55	10	2	0	4.65	-4.38	9	2	6	4.71	4.47	
10	1	12	2.98	-2.78	-7	2	1	5.73	-5.40	-11	2	7	2.33	2.63	
-9	1	13	4.11	4.53	-6	2	1	4.23	-3.87	-9	2	7	5.15	5.44	
-8	1	13	2.15	-2.32	-5	2	1	7.66	-7.13	-8	2	7	4.32	-4.75	
-4	1	13	1.97	1.97	4	1	1	3.35	-3.15	-7	2	7	2.74	2.40	
-4	1	13	1.93	-2.00	-2	2	1	6.91	-6.72	-5	2	7	5.16	5.16	
-2	1	13	4.64	-4.43	-1	2	1	6.81	-7.10	-4	2	7	5.07	6.31	
-1	1	13	3.27	3.24	1	2	1	2.41	2.79	-3	2	7	2.05	1.32	
-1	1	13	3.45	3.45	2	1	1	2.13	-2.13	-2	2	7	4.26	4.23	
-5	1	13	3.43	3.63	3	2	1	7.25	6.78	-1	2	7	4.62	4.79	
-9	1	14	2.34	-2.30	4	2	1	9.44	-9.74	0	2	7	2.23	2.25	
-6	1	14	6.73	-6.26	5	2	1	2.02	1.42	1	2	7	9.63	10.20	
-5	1	14	19.17	-19.43	6	2	1	7.11	-6.75	2	2	7	7.17	-2.51	
-6	1	14	3.98	4.06	7	2	1	4.12	3.75	3	2	7	3.34	-4.22	
-4	1	14	14.47	-14.74	-12	2	2	3.96	4.28	7	2	7	2.55	1.73	
-3	1	14	7.73	7.56	-11	2	2	7.44	7.28	8	2	7	4.67	-4.76	
-2	1	14	7.23	-7.67	-9	2	2	15.11	-15.22	-12	2	8	2.55	2.68	
-1	1	14	6.26	-6.03	-8	2	2	3.35	-3.22	-11	2	8	5.22	-5.68	
3	1	14	15.00	-15.43	-7	2	2	16.17	-15.62	-10	2	8	5.22	-5.68	
4	1	14	3.45	3.45	-6	2	2	7.32	-6.64	-7	2	8	15.53	-14.47	
4	1	14	5.61	-5.76	-5	2	2	4.23	-4.36	-6	2	8	3.63	3.63	
5	1	14	8.63	-8.71	-4	2	2	8.61	-7.54	-4	2	8	6.02	6.77	
6	1	14	4.97	-4.92	-3	2	2	21.55	-20.52	-3	2	8	24.78	-25.53	
-4	1	15	2.81	-2.59	-2	2	2	11.36	-11.42	-2	2	8	2.34	2.44	
-1	1	15	3.45	3.22	-1	2	2	8.84	-8.84	-1	2	8	3.53	3.53	
0	1	15	3.44	-3.56	0	2	2	4.24	-5.17	0	2	8	3.53	3.05	
2	1	15	4.32	4.32	2	2	2	15.01	15.20	1	2	8	20.33	20.08	
-12	1	16	4.13	-4.16	2	2	2	19.34	-20.00	2	2	8	3.53	9.14	
-8	1	16	6.47	6.42	3	2	2	13.59	13.12	3	2	8	14.45	12.77	
-4	1	16	11.44	12.27	4	2	2	10.13	-17.58	4	2	8	12.34	12.40	
-5	1	16	5.52	5.50	5	2	2	5.51	5.11	6	2	8	9.74	9.07	
-3	1	16	7.53	7.44	6	2	2	10.35	-10.13	8	2	8	4.83	4.53	
-4	1	16	3.97	3.85	7	2	2	19.43	-13.62	11	2	8	4.47	4.47	
-2	1	16	8.31	-8.12	9	2	2	15.35	-15.66	-8	2	9	3.77	-3.71	
-1	1	16	7.13	-7.15	11	2	2	6.17	-6.41	-7	2	9	4.44	-3.75	
6	1	16	7.13	-6.58	-10	2	3	2.58	2.14	-5	2	9	3.13	3.55	

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FL
-4	2	9	9.31	6.36	-4	2	16	13.24	13.06	-7	3	2	19.00	16.41
-3	2	9	7.83	-7.84	-3	2	16	10.47	10.38	-6	3	2	6.06	5.45
-2	2	9	5.29	-4.60	-2	2	16	9.86	9.72	-4	3	2	4.63	4.11
-1	2	9	4.12	-4.60	-1	2	16	13.77	14.12	-3	3	2	19.33	16.43
0	2	9	15.87	16.45	1	2	16	12.38	12.53	-2	3	2	6.43	5.42
2	2	9	10.03	10.47	2	2	16	4.27	4.10	-1	3	2	3.69	-3.79
3	2	9	5.29	-5.24	3	2	16	5.11	4.96	0	3	2	4.43	3.64
6	2	9	4.25	4.23	6	2	16	4.35	4.30	2	3	2	7.63	7.62
-13	2	10	2.83	-2.88	-13	2	16	3.51	4.03	2	3	2	13.11	13.17
-11	2	10	4.97	-5.06	-7	2	17	2.99	3.33	3	3	2	23.43	23.22
-10	2	10	4.09	-4.15	-6	2	17	1.99	1.67	4	3	2	2.11	-2.16
-9	2	10	5.30	-5.21	-5	2	17	3.91	4.17	6	3	2	7.63	-7.16
-8	2	10	11.81	-11.21	-3	2	17	4.12	-4.10	7	3	2	17.63	17.35
-7	2	10	5.32	-8.02	8	2	17	5.17	3.60	8	3	2	4.43	-4.05
-6	2	10	12.55	-12.16	-13	2	18	3.44	-3.10	10	3	2	2.45	-3.11
-5	2	10	14.74	-14.35	-9	2	18	4.46	4.81	11	3	2	4.83	-5.00
-4	2	10	6.44	6.03	-6	2	18	5.67	-5.64	-10	3	3	4.35	4.48
-3	2	10	16.91	-17.06	-7	2	18	9.84	10.02	-6	3	3	5.37	5.04
-2	2	10	12.81	13.11	-6	2	18	3.08	-3.47	-7	3	3	5.27	-5.13
-1	2	10	21.14	-22.51	-5	2	18	9.53	9.62	-6	3	3	9.15	8.57
1	2	10	10.79	-11.12	-4	2	18	2.70	3.00	-5	3	3	2.46	-2.63
2	2	10	15.09	-15.55	-2	2	18	4.36	4.34	-4	3	3	5.42	4.77
4	2	10	18.45	-18.92	-1	2	18	7.42	-7.28	-2	3	3	1.56	-1.53
5	2	10	3.33	2.45	0	2	18	7.51	7.33	-1	3	3	9.02	11.20
6	2	10	6.47	-6.57	2	2	18	5.51	5.48	3	3	3	2.57	-2.35
7	2	10	1.18	3.75	3	2	18	3.75	3.64	4	3	3	1.35	1.61
8	2	10	2.35	2.44	4	2	18	2.73	3.85	5	3	3	4.43	-4.62
-10	2	11	3.31	3.50	5	2	18	5.68	5.74	6	3	3	3.11	-2.55
-9	2	11	2.03	-2.35	6	2	18	4.27	4.20	8	3	3	3.77	-3.67
-7	2	11	1.55	-4.35	7	2	18	2.50	2.79	9	3	3	2.55	-2.75
-5	2	11	2.33	2.47	8	2	18	2.76	2.91	10	3	3	3.01	-3.35
-4	2	11	2.99	3.03	-7	2	19	2.33	2.60	-10	3	4	3.93	3.82
-3	2	11	3.36	-5.19	-5	2	19	3.23	3.15	-9	3	4	5.70	5.10
-2	2	11	11.15	-11.26	-4	2	19	2.62	-3.67	-7	3	4	5.61	-5.35
-1	2	11	2.36	-2.52	-3	2	19	2.88	2.75	-6	3	4	5.74	-5.23
0	2	11	4.75	4.71	-2	2	19	5.32	5.16	-5	3	4	10.39	9.82
2	2	11	3.33	-3.33	0	2	19	3.67	3.72	-4	3	4	17.41	-15.41
5	2	11	4.66	4.12	-7	2	20	4.53	-4.53	-2	3	4	21.30	-21.17
6	2	11	2.46	2.26	-6	2	20	6.43	-6.39	0	3	4	12.44	11.61
7	2	11	3.23	3.11	-5	2	20	4.13	-4.34	2	3	4	22.12	22.47
-13	2	12	4.72	-4.52	-4	2	20	3.32	-3.74	3	3	4	4.91	4.91
-11	2	12	6.93	-7.11	-3	2	20	3.34	-3.15	4	3	4	14.85	11.42
-10	2	12	7.33	7.57	-2	2	20	3.06	-3.06	5	3	4	2.16	-2.15
-9	2	12	5.27	-5.53	-1	2	20	2.41	-2.44	6	3	4	6.16	6.16
-8	2	12	7.23	6.86	0	2	20	6.46	6.12	7	3	4	5.62	5.62
-7	2	12	2.95	2.38	1	2	20	4.22	-4.18	8	3	4	4.37	4.31
-5	2	12	11.15	10.13	2	2	20	7.31	7.46	11	3	4	3.59	3.56
-4	2	12	13.37	-13.37	3	2	20	4.35	4.35	12	3	4	4.21	4.21
-2	2	12	17.35	-17.16	-6	2	21	2.51	2.03	-6	3	5	6.25	6.25
-1	2	12	15.15	-16.99	-9	2	22	3.31	-4.47	-4	3	5	11.25	11.35
0	2	12	11.59	-11.61	-7	2	22	1.93	-6.75	-2	3	5	4.33	4.33
2	2	12	16.20	-16.74	-6	2	22	3.92	3.20	-1	3	5	6.45	6.45
3	2	12	7.46	-7.45	-5	2	22	6.35	-7.04	1	3	5	11.76	12.17
5	2	12	7.83	-7.03	-4	2	22	2.85	-2.67	2	3	5	7.75	7.75
7	2	12	10.13	-10.11	-3	2	22	2.52	-2.58	3	3	5	10.12	10.12
8	2	12	2.67	2.47	0	2	22	4.10	-3.79	4	3	5	7.70	7.70
6	2	12	9.11	-9.05	1	2	22	3.54	-3.43	5	3	5	5.35	5.35
7	2	12	3.34	3.20	2	2	22	3.03	-3.26	8	3	5	2.24	2.71
8	2	12	7.25	-7.19	3	2	22	4.91	-4.58	-12	3	6	5.17	-5.23
10	2	12	2.73	-2.68	5	2	22	3.23	-2.95	-10	3	6	13.75	-11.75
-9	2	13	4.18	-4.21	-3	2	23	2.41	-2.53	-9	3	6	3.34	-3.37
-7	2	13	4.21	-4.27	-6	2	24	4.78	5.06	-4	3	6	16.46	-15.46
-6	2	13	6.03	6.16	-4	2	24	4.77	4.31	-7	3	6	10.42	-11.42
-5	2	13	4.26	-4.25	-3	2	24	5.12	-5.21	-6	3	6	5.43	-4.55
-3	2	13	4.52	-4.70	-1	2	24	3.35	-3.63	-5	3	6	10.35	-9.42
-2	2	13	4.72	-4.57	0	2	24	3.88	-2.10	-2	3	6	9.39	-10.39
1	2	13	3.23	2.52	2	2	24	4.37	-4.79	-1	3	6	13.65	-13.65
-13	2	14	2.67	3.32	-17	2	26	3.37	3.27	0	3	6	13.73	-13.73
-11	2	14	4.47	4.71	-7	2	26	2.47	2.36	1	3	6	7.66	7.66
-10	2	14	7.49	7.49	-5	2	26	3.26	2.65	2	3	6	14.67	-14.67
-9	2	14	3.33	3.31	-3	2	26	5.17	5.24	3	3	6	3.52	3.52
-8	2	14	10.52	10.42	-1	2	28	2.70	3.63	4	3	6	5.84	5.84
-7	2	14	1.92	-1.73	1	3	0	7.77	6.36	5	3	6	6.44	-6.44
-6	2	14	3.31	3.18	3	3	0	3.47	9.05	6	3	6	11.75	11.75
-4	2	14	8.01	-8.15	5	3	0	2.84	2.84	8	3	6	12.23	2.05
-3	2	14	10.97	11.11	6	3	0	13.50	-12.88	10	3	6	5.35	5.19
-2	2	14	13.75	-13.10	7	3	0	3.47	-3.14	-13	3	6	2.77	-2.92
-1	2	14	15.27	16.53	9	3	0	3.26	-3.23	-4	3	7	7.44	-7.44
0	2	14	6.44	-6.16	10	3	0	2.45	-2.97	-7	3	7	4.67	4.67
1	2	14	11.08	11.69	11	3	0	2.62	-2.67	-6	3	7	5.21	-5.14
5	2	14	6.57	6.57	12	3	0	4.14	-4.14	-5	3	7	4.49	4.49
6	2	14	2.67	-2.36	14	3	0	2.77	-3.57	-4	3	7	4.34	-4.67
7	2	14	4.47	-4.15	-10	3	1	3.50	3.54	1	3	7	4.07	4.07
8	2	14	5.01	-5.03	-8	3	1	3.66	3.60	3	3	7	10.56	10.56
-10	2	14	7.49	-7.49	-7	3	1	3.30	-2.07	5	3	7	7.65	7.65
-8	2	15	2.15	-2.64	-3	3	1	4.93	-4.53	7	3	7	3.13	3.33
-5	2	15	2.91	2.45	-2	3	1	3.67	-2.42	-10	3	8	6.20	-6.54
-4	2	15	2.15	2.22	-1	3	1	15.10	-14.45	-9	3	8	7.82	-7.65
0	2	15	2.45	-2.43	0	3	1	3.71	4.45	-8	3	8	7.75	-7.75
1	2	15	4.54	5.14	1	3	1	14.42	-14.73	-7	3	8	10.73	7.47
2	2	15	5.25	-5.24	2	3	1	7.44	7.17	-6	3	8	8.63	-8.63
5	2	15	5.12	-5.12	3	3	1	11.19	-10.53	-5	3	8	9.81	-9.81
5	2	15	2.17	1.72	6	3	1	4.89	-4.60	-4	3	8	6.21	-6.21
-11	2	16	3.55	4.40	8	3	1	5.22	-5.20	-2	3	8	7.89	-7.82
-10	2	16	4.94	-5.05	-13	3	2	3.64	-3.95	0	3	8	8.83	-11.44
-9	2	16	6.74	-6.74	-12	3	2	7.37	7.36	1	3	8	21.23	-21.23
-8	2	16	5.17	-5.01	-11	3	2	4.67	-5.01	2	3	8	8.11	-8.11
-7	2	16	3.91	3.82	-10	3	2	8.64	8.74	3	3	8	3.91	-3.91
-6	2	16	2.93	2.84	-9	3	2	3.49	3.20	4	3	8	4.11	-4.11
-5	2	16	5.76	5.59	-8	3	2	16.27	16.17	6	3	8	2.46	2.46

H	K	L	F0	FC	H	K	L	F0	FC	H	K	L	F0	FC
7	3	8	4.83	-4.59	-6	3	17	2.55	2.25	2	4	3	8.31	8.34
8	3	8	6.15	-6.42	-3	3	17	4.47	4.45	3	4	3	11.53	11.25
9	3	8	2.44	-2.31	7	3	17	2.61	2.51	6	4	3	7.65	7.7
-9	3	9	4.15	-4.08	-11	3	18	3.61	-3.95	7	4	3	6.22	6.13
-6	3	9	4.12	-7.63	-9	3	18	8.05	-8.79	8	4	3	2.03	-2.63
-5	3	9	4.85	4.47	-8	3	18	5.73	-5.62	-12	4	4	5.63	4.96
-4	3	9	10.65	-10.45	-7	3	18	6.35	-7.73	-10	4	4	4.3	-4.56
-3	3	9	4.94	-4.57	-4	3	18	6.45	-7.06	-9	4	4	2.24	-2.33
-2	1	9	8.97	-9.10	-5	3	18	5.47	-5.45	-7	4	4	12.12	-11.55
-1	3	9	3.13	3.15	-4	3	18	9.45	-9.34	-6	4	4	3.72	3.78
1	3	9	2.26	-2.00	-3	3	18	6.60	6.62	-4	4	4	6.44	-6.13
2	3	9	2.05	1.62	-2	3	18	6.33	-7.74	-3	4	4	21.23	-22.14
3	3	9	2.80	-2.65	1	3	18	6.51	-5.43	-1	4	4	7.66	-6.24
-12	3	10	3.72	4.11	3	3	18	6.51	-6.26	1	4	4	10.53	11.26
-10	3	10	9.36	9.33	-7	3	19	3.17	-3.02	2	4	4	16.41	-10.43
-6	3	10	8.35	-8.12	-5	3	19	3.34	-3.41	3	4	4	13.55	13.72
-5	3	10	3.12	2.72	0	3	19	3.63	-3.59	4	4	4	3.51	3.41
-4	3	10	6.34	-6.51	1	3	19	3.05	3.83	6	4	4	4.75	4.65
-3	3	10	5.25	-5.37	3	3	19	3.04	2.61	-8	4	5	4.47	-4.63
-2	3	10	3.44	3.02	-12	3	20	2.57	-2.47	-5	4	5	2.42	-2.41
-1	3	10	15.15	-15.02	-8	3	20	3.35	3.08	-4	4	5	2.52	1.11
1	3	10	17.90	19.25	-6	3	20	3.06	2.79	-3	4	5	10.26	-9.41
1	3	10	14.83	-15.15	-5	3	20	2.85	-3.16	-2	4	5	12.33	12.45
2	3	10	9.92	10.18	-4	3	20	5.83	-5.41	-1	4	5	3.02	-1.53
3	3	10	17.53	-18.16	-3	3	20	3.68	-3.56	0	4	5	11.02	12.25
4	3	10	9.87	-9.43	-2	3	20	10.71	-10.56	1	4	5	6.46	-6.56
5	3	10	8.52	-8.60	-1	3	20	3.05	-3.03	3	4	5	2.22	2.35
6	3	10	10.66	-10.56	0	3	20	8.32	-8.27	5	4	5	6.33	6.37
7	3	10	2.90	-3.04	1	3	20	2.10	-2.84	7	4	5	4.16	3.85
8	3	10	2.85	-3.05	3	3	20	3.96	-4.04	8	4	5	2.17	2.33
-2	4	11	2.30	-2.21	5	3	20	3.77	-3.87	9	4	5	0.82	0.82
-4	3	11	5.98	-5.98	-6	3	21	3.12	-3.02	-14	4	6	2.01	3.63
6	3	11	7.45	-7.64	0	3	21	2.86	-2.85	-12	4	6	4.25	4.71
1	3	11	3.43	-3.48	-11	3	22	4.21	4.47	-9	4	6	3.76	3.10
3	3	11	4.47	-4.49	-9	3	22	5.45	5.60	-8	4	6	6.13	-5.63
4	3	11	2.15	1.47	-4	3	22	3.37	3.57	-7	4	6	2.87	-2.58
5	3	11	6.01	-6.02	-3	3	22	4.42	-3.98	-6	4	6	15.86	-14.58
7	3	11	2.61	-2.59	-2	3	22	3.41	3.27	-5	4	6	16.57	-15.76
-13	3	12	3.21	4.04	4	3	22	2.52	-2.58	-4	4	6	4.45	-3.16
-10	3	12	4.02	4.14	-7	3	24	3.31	3.32	-3	4	6	17.07	-17.06
-9	3	12	7.45	7.15	-5	3	24	5.72	5.40	-2	4	6	5.85	5.95
-8	3	12	9.31	9.70	-4	3	24	4.44	4.64	-1	4	6	15.15	-17.46
-7	3	12	6.12	-6.42	-2	3	24	6.54	6.23	0	4	6	6.46	-7.23
-6	3	12	18.15	18.16	0	3	24	6.15	5.92	2	4	6	16.27	-16.57
-5	3	12	3.93	3.65	-8	3	26	3.74	3.57	3	4	6	6.35	2.66
-4	3	12	13.63	13.52	2	3	26	2.69	2.58	4	4	6	24.43	-24.43
-3	3	12	15.01	15.02	4	3	26	2.60	2.54	5	4	6	6.61	-6.75
-2	3	12	7.22	7.54	-5	3	28	3.67	-3.55	6	4	6	12.78	-13.05
-1	3	12	14.74	15.38	-4	3	28	4.03	4.70	7	4	6	6.63	-6.48
0	3	12	2.24	2.24	3	4	0	16.57	15.61	9	4	6	5.42	-5.41
3	3	12	8.77	-8.42	4	4	0	2.65	1.34	-11	4	7	4.44	-4.08
4	3	12	2.86	2.73	5	4	0	6.81	6.54	-9	4	7	7.45	-7.58
5	3	12	4.91	-4.90	6	4	0	9.41	-9.41	-8	4	7	3.03	2.54
10	3	12	4.67	-4.43	7	4	0	9.12	8.87	-7	4	7	3.54	-3.54
-9	3	13	3.07	-4.03	9	4	0	3.34	3.74	-5	4	7	3.22	-3.13
-7	3	13	2.69	2.68	-6	4	1	11.13	3.38	-4	4	7	4.47	-4.72
-6	1	13	3.13	3.13	-5	4	1	7.41	6.95	-1	4	7	7.04	-7.04
-3	3	13	5.09	-5.16	-2	5	1	6.13	5.76	0	4	7	4.55	-4.77
-2	3	13	4.66	4.40	-1	4	1	13.38	12.65	1	4	7	11.21	-11.86
-1	3	13	4.33	-4.45	1	4	1	14.05	1.67	3	4	7	4.43	-4.16
5	3	13	3.92	-4.03	-1	4	1	4.78	-4.24	4	4	7	4.45	-4.15
7	3	13	3.24	-2.62	1	4	1	17.40	17.57	6	4	7	4.13	4.40
-9	3	14	5.85	5.84	2	4	1	6.63	-4.24	7	4	7	2.37	-1.59
-8	3	14	7.56	7.47	3	4	1	2.69	2.51	-10	4	8	4.12	3.76
-7	3	14	3.33	3.33	4	4	1	6.09	-5.82	-7	4	8	6.15	4.86
-6	3	14	14.21	14.14	5	4	1	11.82	11.16	-6	4	8	10.46	9.40
-5	3	14	3.76	-3.64	6	4	1	9.52	-9.19	-3	4	8	5.89	-5.83
-4	3	14	13.71	13.31	7	4	1	1.98	1.98	-2	4	8	22.26	22.12
-3	3	14	4.05	-3.82	-12	4	2	5.99	-5.82	-1	4	8	4.51	-4.51
-2	3	14	3.55	3.33	-11	4	2	4.45	-4.35	0	4	8	4.37	-4.46
-1	3	14	4.26	4.72	-9	4	2	-3.75	0	4	8	4.69	-4.53	
0	3	14	4.65	-5.20	-8	4	2	12.40	-12.45	5	4	8	12.74	-13.40
1	3	14	16.53	16.53	-7	4	2	6.02	-6.35	6	4	8	5.63	-5.48
2	3	14	16.43	16.71	-6	4	2	3.08	-3.21	3	4	8	11.31	-11.10
3	3	14	3.77	3.77	-4	4	2	13.10	-12.51	4	4	8	14.16	-14.41
4	3	14	7.56	6.02	-3	4	2	4.43	4.11	6	4	8	8.47	-8.51
5	3	14	4.95	4.72	-2	4	2	7.96	7.07	7	4	8	3.62	3.97
6	3	15	4.44	4.45	-1	4	2	10.57	17.28	8	4	8	4.92	-4.68
-7	3	15	3.12	7.20	0	4	2	3.23	2.64	11	4	8	4.19	-3.21
-8	3	15	3.12	-3.31	1	4	2	5.26	5.13	-10	4	8	2.67	7.72
-9	3	15	6.75	6.97	2	4	2	3.33	4.35	-9	4	8	5.23	5.56
0	3	15	1.67	-1.82	3	4	2	11.51	-12.17	-7	4	8	6.51	-6.55
1	3	15	3.66	3.96	4	4	2	14.01	17.65	-6	4	8	7.98	-7.21
2	3	15	7.43	-7.40	5	4	2	11.00	-10.57	-4	4	8	2.53	-2.36
3	3	15	11.84	-11.45	6	4	2	14.83	14.47	-2	4	8	9.85	-10.53
-6	3	16	2.91	-2.91	7	4	2	2.17	1.80	-1	4	8	3.64	3.55
5	3	16	3.35	3.17	8	4	2	10.36	10.58	0	4	8	11.82	-12.76
6	3	16	8.67	8.75	9	4	2	15.84	15.22	1	4	8	5.71	-5.71
-7	3	16	8.78	8.97	-9	4	2	3.84	3.73	2	4	8	2.52	-2.73
-8	3	16	2.41	2.06	-8	4	2	11.29	11.59	3	4	8	3.08	-2.15
-9	3	16	7.33	7.23	-7	4	2	4.54	3.49	4	4	8	4.47	-4.87
0	3	16	4.23	-4.17	-6	4	2	3.51	3.49	6	4	8	2.52	-2.48
1	3	16	6.63	6.64	-5	4	2	3.33	3.37	6	4	8	3.26	-2.75
2	3	16	3.14	3.49	-4	4	2	7.03	-6.67	7	4	8	3.21	-3.21
3	3	16	3.77	-3.33	0	4	3	8.40	8.17	-12	4	10	2.16	2.16
4	3	16	3.61	3.60	1	4	3	6.76	-6.47	-10	4	10	5.14	5.23
5	3	16	3.61	3.60	2	4	3	10.34	10.22	-9	4	10	5.55	5.81
-6	3	16	3.61	3.60	3	4	3	5.87	7.02	-8	4	10	11.51	11.76
-7	3	16	3.61	3.60	4	4	3	6.43	9.13	-7	4	10	4.13	3.54

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-6	4	10	9.54	9.21	2	4	18	3.14	-3.10	-8	5	4	4.21	-4.04
-5	5	10	10.34	9.90	3	4	18	4.99	-5.26	-7	5	4	5.99	-5.03
-4	6	10	11.34	14.09	4	4	18	3.42	-3.42	-6	5	4	2.56	-2.17
-3	7	10	11.01	-11.64	5	4	18	5.40	-5.40	-5	4	5	15.93	-1.33
-2	8	10	11.01	11.20	-6	4	19	3.03	2.82	-3	5	4	15.94	-15.15
-1	9	10	10.04	10.45	-5	4	19	4.13	-4.23	-2	5	4	7.50	7.36
0	10	10	16.03	16.03	-4	4	19	3.43	-3.33	-1	5	4	22.03	-25.29
1	11	10	13.03	14.51	-3	4	19	7.02	-6.95	0	5	4	7.26	-7.03
2	12	10	4.07	-4.42	-2	4	19	2.82	2.82	1	5	4	16.05	-17.24
3	13	10	7.12	7.24	-1	4	19	6.18	5.72	2	5	4	21.21	-21.71
4	14	10	3.91	3.97	0	4	19	3.63	3.37	3	5	4	6.05	-6.09
5	15	10	3.32	3.30	-9	4	20	3.28	3.72	4	5	4	16.42	-16.22
6	16	10	4.64	4.43	-7	4	20	2.87	2.84	5	5	4	4.11	-4.45
7	17	10	5.15	4.66	-6	4	20	4.43	4.43	6	5	4	4.58	-4.64
8	18	10	4.62	-4.55	-5	4	20	5.67	5.63	7	5	4	5.21	-5.50
9	19	10	7.53	7.53	-4	4	20	8.79	8.72	-6	5	5	4.27	-7.71
10	20	10	8.34	-8.42	-3	4	20	2.75	2.75	-4	5	5	11.13	-12.30
11	21	10	3.88	4.22	0	4	20	5.35	-5.34	-1	5	5	16.13	-11.15
12	22	10	6.57	-6.59	1	4	20	4.79	4.43	0	5	5	2.49	2.68
13	23	10	4.52	4.64	2	4	20	6.80	-6.63	1	5	5	17.64	-19.25
14	24	10	5.77	-5.63	-10	4	21	2.67	2.84	2	5	5	10.67	10.73
15	25	10	6.71	7.10	-1	4	21	2.43	-2.44	3	5	5	13.34	-13.15
16	26	10	5.01	-4.90	-7	4	22	5.55	5.93	4	5	5	5.63	5.77
17	27	10	3.46	-3.03	-5	4	22	6.40	6.61	5	5	5	10.37	-10.28
18	28	10	2.61	-2.43	0	4	22	5.43	5.21	6	5	5	2.84	-2.36
19	29	10	7.53	-7.20	1	4	22	3.18	2.42	7	5	5	2.48	2.48
20	30	10	10.13	9.99	2	4	22	3.62	3.35	-12	5	6	4.26	4.46
21	31	10	3.12	3.17	5	4	22	2.86	2.62	-10	5	6	9.31	3.55
22	32	10	11.14	11.93	3	4	22	3.96	3.03	-9	5	6	7.05	3.31
23	33	10	11.65	12.24	-6	4	24	3.61	-3.24	-8	5	6	10.23	3.67
24	34	10	6.35	6.26	-4	4	24	4.43	-4.21	-7	5	6	8.05	8.12
25	35	10	16.82	18.77	-3	4	24	4.11	4.16	-6	5	6	2.33	2.14
26	36	10	5.71	5.47	-1	4	24	4.43	4.43	-5	5	6	7.76	7.76
27	37	10	4.01	3.75	-1	4	25	2.62	2.45	-4	5	6	4.74	4.41
28	38	10	4.59	4.52	-3	4	28	5.21	-4.70	-3	5	6	2.53	-2.44
29	39	10	6.15	6.15	2	4	28	23.05	-2.05	-2	5	6	2.37	3.02
30	40	10	5.52	6.02	1	5	0	1.97	-1.45	-1	5	6	11.23	-11.15
31	41	10	3.41	3.03	-3	5	0	11.75	11.61	0	5	6	14.95	14.64
32	42	10	10.47	10.27	4	5	0	23.42	21.32	1	5	6	6.22	-6.45
33	43	10	3.59	-3.64	5	5	0	3.85	3.84	2	5	6	11.23	11.43
34	44	10	3.75	3.63	6	5	0	9.53	9.29	3	5	6	2.06	1.62
35	45	10	8.30	9.12	7	5	0	4.21	3.65	5	5	6	5.76	6.07
36	46	10	3.14	3.44	8	5	0	2.15	-2.10	6	5	6	10.63	-11.50
37	47	10	2.47	2.27	9	5	0	1.73	-1.75	7	5	6	9.81	-12.11
38	48	10	3.00	2.44	12	5	0	2.70	2.79	11	5	6	3.12	-2.73
39	49	10	2.64	-2.64	-10	5	1	2.51	-1.35	-13	5	7	2.92	2.57
40	50	10	3.10	-3.10	-9	5	1	4.06	-4.37	-12	5	7	5.91	5.42
41	51	10	3.16	2.04	-8	5	1	3.03	-3.52	-11	5	7	9.74	-9.74
42	52	10	4.55	-5.24	-6	5	1	2.47	-3.53	-10	5	7	5.51	5.71
43	53	10	4.61	-4.76	-6	5	1	5.74	-5.20	-9	5	7	4.22	-7.76
44	54	10	6.19	-6.19	-5	5	1	11.52	-10.21	-8	5	7	5.34	-8.74
45	55	10	5.73	-5.78	-1	5	1	17.65	16.64	0	5	7	2.47	-2.47
46	56	10	11.03	11.25	0	5	1	6.44	-9.72	1	5	7	5.37	-5.46
47	57	10	6.70	-6.54	1	5	1	21.44	20.15	2	5	7	3.41	3.65
48	58	10	8.12	8.12	2	5	1	4.62	-3.97	3	5	7	10.65	-10.65
49	59	10	16.52	-17.69	3	5	1	18.73	17.54	5	5	7	12.15	-11.47
50	60	10	6.12	6.50	4	5	1	1.65	-1.60	7	5	7	3.97	-3.51
51	61	10	6.57	-6.63	5	5	1	2.53	2.53	10	5	7	3.69	-7.74
52	62	10	2.42	2.42	6	5	1	1.27	1.49	-10	5	8	5.57	5.75
53	63	10	2.59	-2.14	8	5	1	4.20	4.13	-9	5	8	3.32	-3.78
54	64	10	4.43	4.37	-13	5	2	2.69	2.28	-8	5	8	8.54	8.23
55	65	10	4.43	-4.14	-12	5	2	3.16	-3.15	-7	5	8	8.19	-7.71
56	66	10	4.61	4.79	-10	5	2	5.83	-6.14	-6	5	8	6.88	7.24
57	67	10	4.47	4.14	-3	5	2	5.63	-6.54	-5	5	8	4.12	3.61
58	68	10	2.45	-1.65	-7	5	2	13.24	-12.69	-4	5	8	6.27	6.11
59	69	10	5.34	-5.27	-6	5	2	5.65	-5.55	-3	5	8	20.75	21.11
60	70	10	5.24	-5.43	-5	5	2	21.20	-19.76	-2	5	8	4.27	4.41
61	71	10	5.61	5.59	-4	5	2	3.61	-3.17	-1	5	8	23.65	27.23
62	72	10	6.66	6.66	0	5	2	11.63	-10.10	0	5	8	8.35	9.24
63	73	10	1.87	1.26	-2	5	2	7.93	-7.36	1	5	8	13.27	-13.27
64	74	10	6.71	6.66	-1	5	2	2.15	1.84	2	5	8	7.30	7.37
65	75	10	4.33	4.56	0	5	2	9.93	-14.12	3	5	8	5.33	6.03
66	76	10	5.06	5.03	-3	5	2	13.79	-12.72	4	5	8	2.64	2.64
67	77	10	3.84	-3.71	5	5	2	15.66	-15.71	9	5	8	5.01	5.01
68	78	10	2.34	2.70	4	5	2	3.43	-3.66	-10	5	9	2.97	3.10
69	79	10	4.73	-4.70	5	5	2	18.51	-17.91	-9	5	9	3.34	3.22
70	80	10	6.61	6.15	6	5	2	4.15	-4.08	-8	5	9	4.47	4.27
71	81	10	5.81	-5.70	7	5	2	3.44	-7.26	-6	5	9	10.77	10.42
72	82	10	6.78	-6.91	8	5	2	2.65	2.74	-5	5	9	2.70	-2.70
73	83	10	12.27	-12.23	11	5	2	4.44	4.57	-4	5	9	13.47	13.47
74	84	10	11.37	-11.27	-10	5	3	3.82	-4.03	-3	5	9	6.43	-6.43
75	85	10	6.27	-6.61	-9	5	3	3.63	3.35	-2	5	9	4.71	4.93
76	86	10	2.85	2.89	-8	5	3	10.75	-10.26	-1	5	9	6.75	-6.75
77	87	10	3.56	-3.23	-7	5	3	8.08	7.46	0	5	9	5.37	6.73
78	88	10	3.98	-3.12	-6	5	3	11.23	-10.84	2	5	9	2.82	-2.82
79	89	10	2.55	-2.10	-5	5	3	7.04	6.24	3	5	9	4.89	5.42
80	90	10	6.20	-4.39	-4	5	3	6.88	-6.34	4	5	9	4.14	4.49
81	91	10	5.33	5.33	-3	5	3	5.45	-5.13	5	5	9	7.75	7.75
82	92	10	3.86	-3.91	-2	5	3	4.37	-3.90	-12	5	10	3.47	-3.47
83	93	10	2.39	-2.09	-1	5	3	11.87	-12.87	-10	5	10	5.95	-6.44
84	94	10	3.51	-3.41	0	5	3	4.57	-5.05	-8	5	10	2.61	-2.61
85	95	10	3.85	3.74	1	5	3	2.92	-2.91	-6	5	10	7.74	7.74
86	96	10	4.31	3.98	5	5	3	5.34	5.93	-4	5	10	11.64	11.61
87	97	10	4.33	3.53	6	5	3	2.91	6.59	-1	5	10	7.94	4.41
88	98	10	10.17	-10.16	-5	5	3	2.66	5.89	0	5	10	8.11	-8.11
89	99	10	2.55	2.55	9	5	3	2.42	-2.29	1	5	10	10.40	10.40
90	100	10	7.76	-7.67	10	5	3	5.30	5.67	2	5	10	7.76	-7.76
91	101	10	4.51	-4.44	10	5	3	3.00	2.47	3	5	10	8.17	8.17
92	102	10	2.75	2.61	-10	5	4	3.22	3.22	4	5	10	4.10	4.10
93	103	10	4.42	-4.00	-9	5	4	5.14	4.98	5	5	10	6.37	7.11

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
6	6	10	9.00	3.04	-9	5	22	4.23	-4.26	5	6	6	4.15	3.51
6	6	10	5.93	6.19	-5	5	24	4.26	-3.93	6	6	6	9.00	9.00
6	6	10	2.75	2.64	-4	5	24	3.73	-3.73	7	6	6	4.91	5.27
-10	5	11	2.55	3.04	-2	5	24	4.64	-4.56	8	6	6	4.72	3.84
-9	5	11	2.52	2.77	0	5	24	4.38	-4.25	9	6	6	4.65	4.56
-7	5	11	3.30	3.57	1	6	0	5.52	-5.30	-11	6	7	4.36	4.57
-3	5	11	3.20	3.03	2	6	0	24.90	-23.48	-10	6	7	3.43	-3.03
-2	5	11	7.15	7.24	3	6	0	7.46	-6.70	-8	6	7	6.35	6.31
0	5	11	6.35	7.50	4	6	0	2.46	-2.20	-7	5	7	6.84	6.50
1	5	11	4.02	4.37	5	6	0	5.06	-4.69	-6	7	3	3.19	2.63
3	5	11	8.08	8.62	6	6	0	4.85	-4.22	-4	6	7	6.72	6.73
4	5	11	3.76	3.52	7	6	0	4.02	-3.66	-2	6	7	11.04	12.00
6	5	11	7.30	7.24	-13	6	1	2.35	-2.34	-1	6	7	6.64	7.64
6	5	11	5.06	-5.17	-9	6	1	2.35	-2.25	0	6	7	3.77	4.03
7	5	11	4.26	4.44	-8	6	1	5.04	-5.00	1	6	7	5.47	6.45
-13	5	12	3.27	-3.52	-6	6	1	7.39	-7.28	3	6	7	5.23	5.38
-9	5	12	2.92	2.75	-5	6	1	6.27	-5.90	4	6	7	2.97	2.72
-4	5	12	8.76	-6.71	-4	6	1	7.39	-7.21	5	6	7	3.78	-3.52
-7	5	12	3.76	3.63	-3	6	1	12.51	-11.40	6	6	7	3.68	3.33
-4	5	12	13.06	-12.90	-1	6	1	5.91	-5.54	7	6	7	6.72	-6.68
-5	5	12	3.70	-3.78	2	6	1	10.30	-9.95	8	6	7	3.90	3.78
-4	5	12	12.54	-13.29	3	6	1	12.15	-11.76	9	6	7	3.79	-3.81
-3	5	12	12.67	-13.68	4	6	1	12.32	-11.35	-7	6	8	4.61	-4.03
-2	5	12	3.25	-3.36	5	6	1	12.61	12.08	-6	6	8	4.34	3.31
-1	5	12	7.97	-7.53	6	6	1	9.31	-8.41	-5	6	8	14.56	-13.92
0	5	12	8.20	-6.58	7	6	1	4.53	-4.53	-4	6	8	4.24	3.55
0	5	12	5.09	5.27	8	6	1	2.12	-2.17	-3	6	8	13.36	-13.53
10	5	12	2.92	2.96	-11	6	2	4.26	-4.42	-1	6	8	2.74	3.01
-11	5	13	3.58	-4.08	-9	6	2	9.61	9.33	0	6	8	1.92	1.82
-9	5	13	4.36	-4.28	-8	6	2	3.34	-3.07	1	6	8	12.92	13.34
-7	5	13	4.70	-4.82	-7	6	2	7.69	6.95	3	6	8	7.97	6.63
-6	5	13	6.50	-6.30	-6	6	2	3.86	-3.40	4	6	8	4.02	3.39
-5	5	13	4.78	-4.73	-5	6	2	2.30	-2.38	5	6	8	4.88	4.52
-4	5	13	4.85	-4.86	-4	6	2	11.47	-10.51	6	6	8	2.61	2.61
-3	5	13	9.87	-10.90	-2	6	2	2.95	-2.54	9	6	8	2.56	2.63
-2	5	13	5.02	-5.72	-1	6	2	2.02	-2.61	11	6	8	3.61	3.46
-1	5	13	4.13	-4.70	0	6	2	6.22	-6.73	-10	6	8	3.69	-3.73
0	5	13	2.56	-2.44	2	6	2	9.50	-9.67	-8	6	9	5.94	-5.82
1	5	13	4.14	-4.57	3	6	2	3.91	-3.52	-7	6	9	7.39	7.22
2	5	13	3.51	-3.40	4	6	2	13.09	-12.16	-6	6	9	5.12	-4.68
7	5	13	3.98	-3.42	5	6	2	5.44	-5.04	-5	6	9	5.24	5.55
-3	5	14	3.66	-3.47	6	6	2	6.95	-6.61	-3	6	9	3.12	2.95
-2	5	14	4.86	-5.20	7	6	2	12.50	-12.80	-2	6	9	12.73	13.00
-7	5	14	3.37	-3.47	8	6	2	2.63	-2.75	-1	6	9	2.02	-2.73
-6	5	14	11.74	-11.42	9	6	2	3.31	-3.36	0	6	9	2.59	2.59
-4	5	14	11.84	-12.21	11	6	2	3.32	-3.58	1	6	9	4.05	-4.81
-2	5	14	4.29	-4.53	-12	6	3	3.06	2.56	2	6	9	5.55	6.05
-1	5	14	2.67	-2.67	-10	6	3	5.63	-5.40	3	6	9	3.23	3.54
1	5	14	11.03	-12.57	-8	6	3	4.60	-4.35	4	6	9	3.35	3.65
3	5	14	10.16	-10.36	-5	6	3	2.86	2.40	5	6	9	4.02	3.86
5	5	14	5.04	-5.22	-4	6	3	14.74	-12.63	7	6	9	2.76	2.40
6	5	14	4.32	-4.64	0	6	3	6.86	-6.27	8	6	9	3.33	2.55
-7	5	15	3.63	-3.33	-2	6	3	7.31	-7.45	-10	6	10	3.34	-3.12
-4	5	15	2.13	-3.50	0	6	3	4.51	-6.83	-9	6	10	5.58	-5.70
-2	5	15	11.63	-12.16	1	6	3	12.92	-14.25	-8	6	10	12.33	-11.27
0	5	15	7.71	-6.86	2	6	3	6.68	-5.97	-7	6	10	4.32	-4.01
1	5	15	3.45	3.63	3	6	3	8.51	-8.24	-6	6	10	8.49	-7.98
6	5	15	3.46	3.19	4	6	3	4.18	-4.01	-5	6	10	5.66	-5.58
-4	5	16	5.14	-4.77	5	6	3	8.73	-8.71	-4	6	10	3.17	-2.67
-6	5	16	9.35	8.45	6	6	3	4.05	-4.04	-3	6	10	9.58	-9.50
-4	5	16	3.73	3.74	9	6	3	2.53	2.60	-2	6	10	6.09	6.44
-3	5	16	3.23	3.14	-12	6	4	3.23	3.13	-1	6	10	3.89	-3.94
-2	5	16	4.13	-4.51	-11	6	4	3.00	2.49	1	6	10	4.01	-4.25
0	5	16	7.97	-6.40	-10	6	4	3.64	3.55	2	6	10	9.92	-11.36
1	5	16	6.69	-7.17	-8	6	4	3.93	-3.39	3	6	10	9.77	-10.55
3	5	16	2.78	-2.88	-7	6	4	6.71	6.27	4	6	10	5.14	-5.34
3	5	16	6.49	-6.19	-5	6	4	19.13	10.70	-11	6	11	3.76	-3.71
9	5	16	5.56	-5.91	-3	6	4	13.82	12.25	-9	6	11	5.15	-5.16
-8	5	17	3.79	-3.71	-2	6	4	16.26	16.26	-8	6	11	3.99	4.14
-7	5	17	2.82	-2.81	-1	6	4	8.36	7.30	-7	6	11	3.34	-3.35
-3	5	17	4.46	-4.54	0	6	4	17.49	27.03	-6	6	11	5.16	-5.14
-1	5	17	2.55	-2.81	1	6	4	6.88	7.06	-5	6	11	5.44	-5.54
2	5	17	3.58	-3.27	2	6	4	7.24	7.33	-3	6	11	2.52	-2.14
5	5	17	3.17	-2.37	3	6	4	8.17	-7.73	-1	6	11	7.02	-7.31
-8	5	18	2.45	2.73	3	6	4	5.54	-5.16	0	6	11	3.32	3.58
-7	5	18	2.74	2.75	-9	6	5	2.56	2.37	1	6	11	8.30	-10.55
-6	5	18	6.25	6.59	-8	6	5	5.59	5.43	2	6	11	9.18	10.89
-5	5	18	3.74	-4.25	-7	6	5	4.36	4.87	3	6	11	3.01	-3.01
-4	5	18	6.34	6.60	-6	6	5	3.52	3.52	4	6	11	6.07	6.62
-3	5	18	5.95	-5.90	-5	6	5	4.53	3.74	-8	6	12	4.15	3.85
-2	5	18	6.71	6.58	-4	6	5	7.93	-7.60	-7	6	12	4.24	4.19
0	5	18	4.09	3.77	-2	6	5	12.57	-12.42	-6	6	12	4.01	4.58
1	5	18	3.51	4.55	-1	6	5	11.34	11.24	-5	6	12	10.43	-11.03
3	5	18	4.81	4.64	0	6	5	14.16	-19.21	-2	6	12	10.86	-11.06
-7	5	19	2.93	3.00	1	6	5	3.34	3.68	-1	6	12	8.47	-8.94
-5	5	19	3.50	2.54	1	6	5	6.50	-6.68	0	6	12	10.23	-10.85
-3	5	19	2.70	2.91	4	6	5	2.66	2.32	1	6	12	10.79	-12.87
-2	5	19	3.58	4.27	5	6	5	6.01	-6.01	2	6	12	3.77	-4.14
-1	5	19	3.43	-3.63	7	6	5	5.51	-5.36	3	6	12	3.53	-2.96
1	5	19	3.20	3.35	-2	6	5	2.42	-2.26	4	6	12	5.47	-5.17
8	5	19	3.20	-3.01	-8	6	6	8.00	8.00	-9	6	13	2.54	-2.66
-20	5	20	2.25	-2.26	-7	6	6	2.44	2.18	-8	6	13	3.12	3.26
-4	5	20	2.70	2.82	-6	6	6	13.22	12.65	-7	6	13	4.01	-3.83
-3	5	20	3.20	3.18	-5	6	6	7.45	7.45	-6	6	13	10.26	-10.66
-2	5	20	9.42	9.42	-4	6	6	4.69	4.67	-3	6	13	3.65	-3.65
0	5	20	5.97	6.16	-3	6	6	10.85	9.84	-2	6	13	4.47	-4.88
2	5	20	2.97	3.03	-2	6	6	4.43	4.46	-1	6	13	6.46	6.27
3	5	20	4.35	4.13	1	6	6	3.34	-3.40	0	6	13	3.37	-3.30
8	5	21	2.81	2.55	2	6	6	13.37	13.67	3	6	13	2.54	-1.75
2	5	21	4.92	4.38	4	6	6	19.36	20.67	5	6	13	3.08	-3.62

M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC	M	K	L	FO	FC
-9	6	14	3.64	3.68	-3	7	3	4.45	4.20	6	7	10	7.85	-8.21
-8	6	14	6.97	6.96	-2	7	3	2.11	-1.48	-10	7	11	3.82	-1.86
-6	6	14	2.47	2.73	-1	7	3	6.63	7.34	-2	7	11	8.76	-9.40
-4	6	14	2.77	-2.72	1	7	3	4.49	5.21	8	7	11	8.96	-9.98
-3	6	14	5.20	5.45	3	7	3	7.67	-7.02	1	7	11	3.43	-3.41
-2	6	14	6.58	-6.61	5	7	3	6.71	-6.38	2	7	11	4.93	-6.04
-1	6	14	5.94	6.18	8	7	3	5.14	-5.16	3	7	11	6.44	-9.19
0	6	14	3.67	-4.43	10	7	3	4.72	-4.71	5	7	11	5.93	-6.02
1	6	14	3.73	4.05	-9	7	4	3.54	-3.40	7	7	11	3.96	-4.11
3	6	14	2.81	-2.56	-8	7	4	5.49	5.42	-8	7	12	5.37	5.27
5	6	14	6.38	-6.53	-7	7	4	3.27	-3.01	-6	7	12	6.74	6.70
6	15	2.93	3.04	-5	7	4	5.30	-4.61	-5	7	12	3.61	3.61	
-9	6	15	4.26	-4.67	-4	7	4	9.36	-8.80	-4	7	12	6.74	6.45
-4	6	15	6.69	6.54	-3	7	4	10.40	9.39	-3	7	12	9.22	10.86
-3	6	15	3.40	-3.40	-2	7	4	2.40	2.10	-2	7	12	2.43	2.67
-2	6	15	4.17	4.27	-1	7	4	11.25	14.36	-1	7	12	6.06	6.6
-1	6	15	3.37	-3.38	0	7	4	4.36	5.22	0	7	12	3.02	-2.92
0	6	15	5.18	-5.12	1	7	4	6.57	7.43	3	7	12	4.35	-5.17
2	6	15	7.52	-7.18	2	7	4	15.35	15.71	9	7	12	3.76	-4.07
4	6	15	5.58	-5.75	3	7	4	6.86	6.84	-9	7	13	6.38	6.23
-8	6	16	2.32	-2.87	4	7	4	12.33	13.22	-7	7	13	3.47	3.67
-7	6	16	3.09	2.09	9	7	4	4.74	4.65	-4	7	13	5.43	6.71
-6	6	16	3.35	3.22	-8	7	5	2.46	2.22	-3	7	13	6.72	-7.01
-4	6	16	9.56	10.18	-6	7	5	10.83	10.12	-2	7	13	4.47	4.56
-3	6	16	5.26	5.30	-4	7	5	16.14	15.18	-1	7	13	4.82	-5.12
-2	6	16	9.71	10.78	-3	7	5	2.50	2.31	7	7	13	5.01	-5.01
-1	6	16	6.07	6.76	-2	7	5	10.95	11.11	-2	7	14	2.49	2.74
0	6	16	3.72	3.67	-1	7	5	7.55	9.39	-7	7	14	3.36	3.35
1	6	16	5.43	5.23	0	7	5	2.26	-2.89	-6	7	14	6.85	7.04
-7	6	17	5.95	5.77	7	7	5	11.49	13.49	-4	7	14	8.00	8.61
-6	6	17	2.99	-3.12	2	7	5	8.83	-8.74	1	7	14	3.94	3.77
-5	6	17	5.63	5.51	3	7	5	10.03	10.10	1	7	14	5.57	6.63
-3	6	17	5.16	4.98	4	7	5	4.40	-4.68	3	7	14	6.59	7.12
3	6	17	4.07	3.50	5	7	5	5.22	5.21	7	7	14	3.22	2.77
4	6	17	2.92	-2.66	6	7	5	2.66	2.60	5	7	14	3.35	3.35
6	6	17	3.02	-3.32	-10	7	6	6.63	-6.73	-5	7	15	3.11	2.58
-7	6	18	6.03	6.17	-9	7	6	3.02	-3.47	-4	7	15	5.01	4.81
-5	6	18	2.83	2.65	-8	7	6	6.51	-4.85	-7	7	15	7.43	5.55
-2	6	18	5.49	5.56	-7	7	6	6.94	-6.01	-1	7	15	3.32	-3.20
-1	6	18	4.91	-4.65	-5	7	6	8.25	-7.89	0	7	15	11.43	11.34
1	6	18	3.67	3.67	-4	7	6	4.56	4.28	1	7	15	2.32	-2.53
2	6	18	4.62	4.94	-1	7	6	4.01	4.45	2	7	15	4.68	4.68
3	6	18	4.73	4.79	0	7	6	9.33	-10.66	-6	7	16	5.97	-6.22
4	6	18	2.75	3.24	2	7	6	6.41	-7.48	-5	7	16	2.42	-2.15
-6	6	19	-2.56	-2.61	5	7	6	2.02	-2.35	-2	7	16	2.32	-3.29
-5	6	19	3.51	3.61	6	7	6	6.00	5.96	-2	7	16	3.64	4.13
-3	6	19	7.36	7.58	7	7	6	5.95	6.09	0	7	16	4.85	5.69
-1	6	19	9.12	4.77	-13	7	7	2.41	-2.66	1	7	16	3.26	3.34
1	6	19	2.71	2.71	-11	7	7	3.76	-3.76	2	7	16	3.16	3.16
-6	6	20	4.05	-4.21	-8	7	7	4.06	-3.61	3	7	16	5.04	5.48
-5	6	20	3.49	-2.80	-7	7	7	3.48	3.46	5	7	16	3.54	3.27
-4	6	20	4.77	-4.71	-6	7	7	6.31	-6.64	-11	7	17	3.37	-3.14
-2	6	20	4.20	-3.10	-5	7	7	2.34	3.41	-9	7	17	4.73	-4.73
2	6	20	4.48	4.53	-4	7	7	3.03	-2.48	-6	7	17	4.64	4.85
3	6	21	2.76	2.45	1	7	7	5.17	6.09	-3	7	17	2.83	2.56
6	6	22	2.85	-3.23	4	7	7	6.83	7.68	-7	7	17	3.30	3.17
-5	6	23	2.59	-2.70	2	7	7	6.51	4.68	-6	7	18	4.03	-4.15
-1	6	25	3.27	-2.95	3	7	7	10.51	11.10	-4	7	18	2.73	-2.72
1	7	0	3.31	-2.69	4	7	7	2.57	-2.57	-3	7	18	4.44	4.32
2	7	0	16.29	-14.57	5	7	7	9.36	10.25	-2	7	18	2.59	-3.10
4	7	0	13.54	-12.51	7	7	7	5.13	5.64	0	7	18	2.65	-2.01
5	7	0	2.87	-2.60	-10	7	8	2.85	-2.61	1	7	18	3.92	-3.55
6	7	0	4.64	-4.38	-8	7	8	5.27	-4.95	-7	7	19	4.33	-4.42
7	7	0	4.67	-4.79	-7	7	8	6.45	4.77	-5	7	19	5.43	-5.45
9	7	0	2.34	-2.98	-6	7	8	5.18	-5.17	-2	7	19	2.43	-2.79
-10	7	1	3.81	3.29	-5	7	8	2.85	-2.96	-1	7	19	3.22	3.26
-8	7	1	3.93	3.92	-4	7	8	5.82	-5.42	0	7	19	3.71	-3.69
-4	7	1	7.11	-6.65	-3	7	8	12.46	-12.39	1	7	19	4.09	-4.09
-3	7	1	4.34	-3.34	-2	7	8	3.99	-4.53	-3	7	20	2.33	-2.04
-2	7	1	4.71	-4.67	-1	7	8	14.19	-15.83	-7	7	23	3.82	3.97
-1	7	1	16.93	-15.20	0	7	8	6.36	-7.41	-2	7	24	3.41	3.65
0	7	1	2.74	3.21	1	7	8	7.65	-6.54	0	8	0	23.13	21.17
1	7	1	15.02	-15.24	2	7	8	6.74	-7.42	1	8	0	4.97	4.88
2	7	1	8.20	7.88	3	7	8	2.59	2.73	2	8	0	11.65	16.37
3	7	1	10.03	-11.02	4	7	8	4.37	-4.36	3	8	0	2.45	2.25
5	7	1	2.83	-3.02	9	7	8	2.55	-2.44	5	8	0	6.39	6.10
6	7	1	6.70	-6.30	-9	7	9	3.46	-3.23	7	8	0	2.72	2.79
8	7	1	7.10	-7.06	-8	7	9	3.32	-3.04	10	8	0	2.99	2.76
10	7	1	4.13	-4.68	-7	7	9	3.18	-2.93	1	8	0	1.22	1.13
-10	7	2	3.28	3.28	-6	7	9	10.54	-10.73	-8	8	1	4.03	4.11
-7	7	2	4.32	4.25	-5	7	9	4.15	4.04	-6	8	1	6.43	5.94
-2	7	2	10.85	-10.40	-4	7	9	14.48	-14.62	-5	8	1	7.19	7.19
-6	7	2	5.52	5.18	-3	7	9	5.37	5.61	-4	8	1	6.57	5.83
-5	7	2	13.24	11.62	-2	7	9	13.13	-14.17	-3	8	1	11.28	10.76
-3	7	2	6.00	5.35	-1	7	9	2.43	2.64	-2	8	1	5.46	-5.39
-2	7	2	7.66	7.07	0	7	9	6.94	-6.94	-1	8	1	5.37	-5.21
0	7	2	7.15	11.62	7	7	9	2.74	2.22	2	8	1	7.41	6.64
1	7	2	3.21	-2.54	-12	7	10	3.31	3.10	3	8	1	12.92	-11.81
2	7	2	8.25	8.63	-10	7	10	3.46	3.36	6	8	1	9.67	9.15
3	7	2	8.51	8.10	-8	7	10	2.67	2.47	9	8	1	7.92	7.92
9	7	2	7.31	7.30	-6	7	10	6.55	-6.76	6	8	1	11.72	11.19
7	7	2	12.05	11.52	-5	7	10	2.42	-1.99	7	8	1	4.08	-4.10
9	7	2	3.65	3.27	-4	7	10	10.74	-11.29	-9	8	2	5.39	-4.36
8	7	2	2.17	-1.96	-1	7	10	3.27	-3.37	-8	8	2	2.52	-1.91
-10	7	3	4.64	4.31	0	7	10	2.87	2.73	-7	8	2	4.14	-3.56
-8	7	3	9.36	9.10	1	7	10	4.05	-9.28	-6	8	2	2.38	2.21
-7	7	3	4.14	-3.76	2	7	10	3.71	3.2	-5	8	2	6.38	6.38
-6	7	3	10.74	10.00	3	7	10	4.39	-4.50	-3	8	2	16.30	6.68
-5	7	3	3.09	-3.18	4	7	10	2.57	-2.60	-2	8	2	3.31	-3.72
-4	7	3	5.65	5.20	5	7	10	4.75	-4.77	-1	8	2	9.67	9.22

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
3	0	2	4.78	-4.42	-7	0	10	4.01	3.96	-7	0	3	4.19	4.00
3	0	2	5.33	-4.57	-8	0	10	4.66	4.52	-8	0	3	4.74	4.62
5	0	2	4.13	4.44	-5	0	10	3.62	3.93	-5	0	3	4.05	3.70
6	0	2	5.02	4.62	-3	0	10	4.99	4.63	-4	0	3	5.53	-4.31
7	0	2	7.58	7.09	-2	0	10	2.51	-2.64	-3	0	3	5.79	-5.58
9	0	2	5.41	5.47	-1	0	10	7.79	7.79	-1	0	3	8.06	-9.00
-10	0	3	3.05	-3.00	1	0	10	3.07	4.21	1	0	3	3.43	-4.03
-9	0	3	4.15	4.24	2	0	10	4.63	4.66	3	0	3	3.38	2.94
-8	0	3	5.61	5.70	3	0	10	5.66	5.94	4	0	3	7.25	7.10
-7	0	3	4.94	-4.84	4	0	10	2.76	-2.06	5	0	3	2.35	2.55
-6	0	3	14.63	13.52	5	0	11	5.40	5.18	6	0	3	4.33	4.03
-5	0	3	8.25	-7.27	-0	0	11	3.75	-3.29	-7	0	4	3.37	3.23
-4	0	3	12.27	11.76	-7	0	11	3.94	3.76	-3	0	4	5.68	-5.15
0	0	3	6.30	9.06	-5	0	11	3.06	2.74	-1	0	4	7.67	-9.55
1	0	3	7.51	8.50	-4	0	11	4.53	4.16	0	0	4	5.33	-7.47
2	0	3	5.22	4.77	-2	0	11	4.60	4.20	1	0	4	8.32	-8.26
3	0	3	5.13	4.09	-1	0	11	5.00	6.53	2	0	4	8.33	-5.29
4	0	3	7.40	7.07	0	0	11	2.87	-2.79	3	0	4	5.50	-5.22
6	0	3	8.44	7.85	1	0	11	5.00	6.45	4	0	4	2.70	-2.21
7	0	3	3.64	-3.71	2	0	11	8.07	-8.56	5	0	4	7.13	-6.57
8	0	3	3.30	3.22	3	0	11	3.41	3.24	-6	0	5	12.06	-11.35
-10	0	4	2.61	-2.69	4	0	11	5.01	-5.39	-3	0	5	3.46	-3.36
-7	0	4	4.78	-4.40	-5	0	12	4.99	-4.53	-2	0	5	3.60	-3.49
-5	0	4	10.08	-9.70	-4	0	12	5.32	5.17	-1	0	5	4.84	-6.33
-4	0	4	2.87	-2.81	-2	0	12	7.69	7.42	0	0	5	2.75	3.33
-3	0	4	15.04	-14.63	-1	0	12	6.11	6.71	1	0	5	7.44	-9.54
-2	0	4	9.39	-9.19	0	0	12	5.83	6.23	2	0	5	4.49	4.76
-1	0	4	3.44	-3.77	1	0	12	6.06	7.41	3	0	5	10.74	-11.41
0	0	4	4.47	-4.43	2	0	12	4.32	4.36	4	0	5	3.59	-3.44
2	0	4	3.29	-3.44	3	0	12	2.45	2.61	5	0	5	3.01	-3.08
3	0	4	3.78	-3.78	4	0	12	3.47	-3.55	-6	0	5	4.35	-4.13
6	0	4	5.28	5.10	-7	0	13	7.34	7.43	-7	0	6	4.32	4.42
7	0	4	2.78	-2.82	-5	0	13	10.23	10.65	-5	0	6	5.52	4.90
-11	0	5	3.51	-3.35	-2	0	13	3.76	3.66	-3	0	6	2.87	2.41
-8	0	5	3.78	-3.78	1	0	13	6.51	7.51	-1	0	6	3.22	-3.11
-7	0	5	4.42	-4.06	2	0	13	4.49	4.37	2	0	6	4.08	4.46
-6	0	5	6.08	-5.74	3	0	13	3.62	2.62	3	0	6	3.02	-2.77
-5	0	5	5.05	-5.10	4	0	13	3.67	3.24	4	0	6	3.86	-4.21
-4	0	5	5.43	-6.31	5	0	14	4.64	-4.01	5	0	6	3.22	-3.33
-3	0	5	8.17	-7.97	-7	0	14	2.10	2.33	-11	0	7	3.12	3.26
-2	0	5	12.99	13.44	-6	0	14	2.73	-2.61	-8	0	7	2.80	1.99
-1	0	5	7.13	-7.37	2	0	14	3.51	3.53	-7	0	7	4.18	4.23
0	0	5	10.85	14.01	-1	0	14	3.00	-3.23	-6	0	7	6.33	-7.37
2	0	5	5.29	5.53	1	0	14	2.37	-3.00	-5	0	7	2.97	-2.79
3	0	5	3.53	3.78	-5	0	15	2.30	2.22	-4	0	7	2.36	2.73
4	0	5	2.57	-2.61	-4	0	15	4.62	-4.64	-3	0	7	2.39	2.44
5	0	5	7.14	6.99	-1	0	15	2.51	2.51	1	0	7	3.35	-4.33
7	0	5	5.43	5.17	0	0	15	5.23	5.52	2	0	7	3.33	-3.42
-8	0	6	5.34	-4.56	1	0	15	2.40	-2.05	3	0	7	9.64	-10.66
-6	0	6	7.44	-6.39	2	0	15	2.27	2.49	4	0	7	6.40	-5.40
-5	0	6	5.14	-4.95	3	0	15	6.70	6.54	5	0	7	4.70	-4.43
-4	0	6	6.74	-6.10	-5	0	16	2.81	-2.39	6	0	7	2.84	-2.01
-3	0	6	3.37	-3.77	-4	0	16	3.07	-6.75	-6	0	8	2.68	2.82
-1	0	6	3.46	-3.67	-3	0	16	4.97	-5.16	-5	0	8	2.64	2.64
2	0	6	7.20	-5.24	-2	0	16	4.97	-5.20	-3	0	8	6.49	5.54
4	0	6	4.22	-9.14	-1	0	16	3.51	-3.78	-1	0	8	11.04	13.12
6	0	6	5.47	-5.23	1	0	16	3.94	3.33	0	0	8	4.13	4.64
7	0	6	9.38	-4.32	-5	0	17	6.55	-6.84	1	0	8	7.45	7.45
-10	0	7	4.36	4.28	-5	0	18	4.10	-4.17	2	0	8	3.45	3.37
-9	0	7	7.09	-6.54	-4	0	18	2.45	-2.45	-11	0	9	2.44	2.22
-7	0	7	7.10	-7.10	-2	0	18	2.28	-7.42	-7	0	9	3.28	3.36
-6	0	7	2.69	-2.00	-1	0	18	3.35	3.17	-6	0	9	9.82	9.54
-4	0	7	6.81	-6.59	-5	0	19	3.07	-3.17	-5	0	9	2.14	-2.09
-3	0	7	2.81	-2.69	-3	0	19	6.11	-6.37	-4	0	9	9.87	10.08
-2	0	7	11.90	-12.10	-1	0	19	5.70	-5.46	-3	0	9	5.15	-5.39
-1	0	7	6.09	-6.09	2	0	19	3.11	-2.94	-2	0	9	7.41	8.40
1	0	7	6.36	-7.13	4	0	19	2.67	-2.71	1	0	9	2.76	2.39
5	0	7	5.67	-5.70	-7	0	20	3.12	-2.39	2	0	9	3.86	-4.24
9	0	7	5.82	-5.49	-4	0	21	2.25	-2.20	3	0	9	4.43	-4.43
7	0	7	6.23	6.03	-1	0	23	3.59	3.44	-10	0	10	3.83	-3.49
8	0	7	5.11	-4.40	2	0	20	8.55	7.49	-6	0	10	2.83	2.45
9	0	7	3.93	-3.88	3	0	20	6.52	6.52	-5	0	10	4.35	-4.35
-9	0	8	2.77	-2.21	7	0	20	2.95	2.79	1	0	10	3.00	3.03
-7	0	8	3.54	3.01	-8	0	9	1.424	-4.36	3	0	10	4.10	4.03
-6	0	8	2.96	2.12	-6	0	1	2.95	2.22	4	0	10	3.04	3.38
-5	0	8	8.61	7.86	-4	0	1	6.21	5.79	5	0	10	3.60	3.60
-4	0	8	4.68	5.09	-2	0	1	2.92	2.81	-11	0	11	2.41	-1.49
-2	0	8	2.37	2.55	-1	0	1	13.20	11.72	-7	0	11	3.44	3.41
-1	0	8	3.63	-3.49	1	0	1	15.99	16.11	-5	0	11	2.65	2.75
1	0	8	9.70	-10.60	2	0	1	7.62	-6.38	-2	0	11	7.13	7.67
2	0	8	2.61	-2.56	3	0	1	9.14	8.40	0	0	11	8.97	9.75
3	0	8	8.24	-8.49	5	0	1	4.37	4.22	2	0	11	3.60	3.65
4	0	8	3.24	-3.28	6	0	1	7.07	6.55	3	0	11	5.02	5.02
5	0	8	2.45	-2.61	7	0	1	5.80	5.41	4	0	11	6.30	-6.71
6	0	8	2.72	-2.58	10	0	1	3.55	3.63	-6	0	12	4.54	-4.32
-8	0	9	3.62	3.74	-9	0	2	2.38	-2.32	-4	0	12	2.76	-2.65
-7	0	9	3.03	3.03	-8	0	2	4.51	-4.51	-3	0	12	5.75	-5.75
-6	0	9	5.21	4.96	-7	0	2	6.06	-6.33	-1	0	12	6.86	-6.81
-5	0	9	3.11	-3.19	-6	0	2	3.18	-2.64	2	0	12	2.16	2.17
-4	0	9	5.86	-5.74	-5	0	2	8.85	-7.81	-4	0	13	6.15	-6.14
-3	0	9	11.61	-11.61	-4	0	2	3.41	-2.93	-3	0	13	6.62	-6.62
-2	0	9	5.94	7.24	-3	0	2	5.62	-5.09	-2	0	13	2.45	-2.43
0	0	9	10.67	-12.05	-2	0	2	2.63	-1.83	-1	0	13	5.77	6.47
1	0	9	2.35	2.46	-1	0	2	2.61	2.69	0	0	13	2.69	2.34
2	0	9	19.03	-10.49	0	0	2	5.10	-4.41	1	0	13	7.47	7.47
3	0	9	2.46	-2.13	3	0	2	4.71	-4.96	0	0	13	3.19	2.67
5	0	9	2.77	-2.84	5	0	2	6.83	-6.43	-6	0	14	2.63	-2.41
7	0	9	4.32	-3.86	7	0	2	3.84	-3.68	-4	0	14	2.92	-2.62
8	0	9	3.15	-3.03	-10	0	3	3.29	-3.41	1	0	14	2.89	-2.94
-8	0	10	6.34	6.00	-8	0	3	8.81	-7.69	3	0	14	5.81	-6.13

M	K	L	F0	FC	M	K	L	F0	FC	M	K	L	F0	FC
-5	9	15	4.53	-4.53	3	10	8	5.28	5.93	-1	11	8	3.42	+4.40
-4	9	15	4.53	-4.53	-8	10	9	3.99	-3.91	-9	11	9	2.78	-2.94
-2	9	15	4.53	-4.53	-7	10	9	4.65	-4.65	-6	11	9	7.37	-6.54
-1	9	15	2.82	-2.99	-6	10	9	2.30	-2.32	-4	11	9	6.03	-6.38
0	9	15	8.42	-8.59	-5	10	9	5.94	5.93	-3	11	9	3.66	-3.86
0	9	16	2.35	-1.93	-4	10	9	3.02	3.13	-2	11	9	4.23	-4.62
0	9	16	3.78	-3.78	-2	10	9	8.41	8.89	-2	11	9	2.61	-2.39
2	9	16	2.45	-2.89	-1	10	9	3.46	-3.63	1	11	9	3.48	-3.47
-9	9	17	3.91	3.61	0	10	9	9.17	10.47	3	11	9	3.47	-3.36
-7	9	17	3.01	2.81	1	10	9	3.14	-3.16	-2	11	10	3.32	-3.40
-5	9	17	2.29	-2.44	2	10	9	5.03	-5.00	-4	11	10	2.37	-2.45
-3	9	17	3.76	-3.50	7	10	9	2.63	2.43	-2	11	11	5.26	-5.54
-4	9	17	2.77	-2.48	8	10	9	2.04	2.29	0	11	11	5.50	-6.01
-5	9	19	3.98	3.48	-6	10	10	6.69	-6.59	6	11	11	2.50	2.22
-2	9	19	3.69	3.62	-1	10	10	3.85	-4.21	-3	11	12	2.37	2.45
0	9	19	2.93	2.64	-9	10	11	4.13	-3.53	-1	11	12	2.23	2.67
1	9	19	5.01	-4.50	-4	10	11	4.10	-4.58	-6	11	13	3.03	2.99
0	9	20	3.91	3.81	-2	10	11	3.75	-4.32	-2	11	13	2.28	2.63
-3	9	21	3.06	2.40	2	10	11	5.47	5.85	-1	11	13	3.47	-4.02
-3	9	24	2.85	-2.38	3	10	11	2.33	-2.26	-2	11	15	5.91	6.25
8	10	0	6.43	-5.45	4	10	11	3.12	3.59	0	12	0	4.93	4.37
1	10	0	6.11	-5.35	7	10	11	2.83	2.88	1	12	0	5.43	4.70
2	10	0	4.99	-4.49	-2	10	12	4.91	-5.03	3	12	0	2.44	2.15
3	10	0	5.85	-5.50	-1	10	12	4.66	-5.14	-8	12	1	3.67	3.21
5	10	0	2.89	-2.89	0	10	12	4.65	-2.63	-6	12	1	6.21	5.67
6	10	0	2.77	2.70	1	10	12	4.20	-4.32	-5	12	1	2.79	2.79
-8	10	1	3.98	-3.85	-5	10	13	8.16	-8.49	-3	12	1	7.23	6.13
-6	10	1	5.62	-5.21	-2	10	13	5.83	-6.00	-1	12	1	7.76	7.12
-5	10	1	5.05	-4.75	-2	10	13	3.32	-3.60	3	12	1	6.10	-2.45
-4	10	1	3.00	-2.60	0	10	13	2.80	-2.95	4	12	1	6.10	5.11
-3	10	1	12.10	-10.71	5	10	13	3.10	-3.03	5	12	1	4.33	-3.57
-1	10	1	11.43	-10.17	-2	10	15	3.77	-3.77	4	12	2	2.26	2.40
3	10	1	4.83	4.40	2	10	15	7.44	-7.43	-3	12	3	2.12	2.3
4	10	1	6.56	-6.15	4	10	15	4.85	-5.40	-5	12	3	2.69	-2.14
5	10	1	5.95	-5.45	-4	10	16	4.89	4.87	4	12	3	6.45	5.23
6	10	1	2.90	-2.93	0	10	16	2.41	2.37	-3	12	3	2.63	-2.86
7	10	1	2.82	2.74	-2	10	13	2.46	-1.38	-2	12	3	6.05	5.42
-8	10	2	2.54	1.11	-3	10	23	3.85	-3.52	-1	12	3	2.63	2.40
-5	10	2	4.52	-4.21	2	11	0	3.23	2.86	0	12	3	2.41	2.40
-3	10	2	6.95	-6.23	3	11	0	2.95	-2.57	1	12	3	6.17	5.42
-2	10	2	2.75	1.86	4	11	0	4.67	-4.11	3	12	3	6.63	6.75
-1	10	2	2.65	2.26	5	11	0	3.04	-2.02	-3	12	4	2.32	-1.59
2	10	2	2.13	-2.19	-10	11	1	2.11	-2.74	-2	12	4	3.37	-3.37
6	10	2	3.00	-2.89	-4	11	1	4.63	-3.52	0	12	4	4.92	-4.10
7	10	2	3.46	-3.23	-3	11	1	3.55	-2.68	-8	12	5	5.14	-4.46
9	10	2	2.07	-2.72	-1	11	1	3.10	-2.51	-3	12	5	3.16	-2.83
-6	10	3	4.52	-3.67	-1	11	1	8.50	-8.70	-2	12	5	5.39	-5.39
-5	10	3	5.62	-4.61	1	11	1	12.71	-12.34	0	12	5	5.03	6.23
-4	10	3	8.76	-7.34	2	11	1	2.72	2.47	5	12	5	4.37	4.01
-3	10	3	4.65	-4.67	3	11	1	6.44	-7.76	-3	12	6	2.59	-2.22
-2	10	3	8.22	-7.60	5	11	1	2.25	-2.10	-2	12	7	3.56	-3.56
0	10	3	3.61	-4.88	6	11	1	5.75	-5.26	-1	12	7	2.65	-3.56
1	10	3	7.09	-8.89	8	11	1	5.30	-4.45	0	12	7	2.72	-2.78
2	10	3	5.11	-5.41	-5	11	2	4.83	4.37	5	12	5	5.05	-6.39
3	10	3	8.05	-8.03	-4	11	2	2.70	2.35	-2	12	9	5.37	-6.39
6	10	3	6.61	-6.20	2	11	2	5.06	4.67	0	12	9	6.01	-6.57
6	10	3	6.11	-5.83	4	11	2	2.76	2.65	-8	12	10	3.66	3.26
8	10	3	3.86	-3.64	5	11	2	2.35	2.24	-6	12	10	3.92	3.27
-8	10	4	2.54	2.50	-10	11	3	2.61	2.75	4	12	11	3.98	-3.98
-5	10	4	3.84	3.81	-8	11	3	3.36	6.02	-4	12	16	2.42	-2.70
-5	10	4	3.71	3.22	-7	11	3	4.15	-3.89	3	13	0	3.41	2.65
-3	10	4	8.19	7.32	-6	11	3	5.79	5.24	-9	13	1	2.65	-2.09
-2	10	4	6.02	5.72	-5	11	3	2.82	-2.24	-4	13	1	4.21	4.23
0	10	4	2.63	3.20	-4	11	3	4.41	4.05	-2	13	1	4.85	4.71
4	10	4	4.93	-4.32	-3	11	3	5.45	4.86	1	13	1	5.55	5.50
6	10	4	3.23	-2.83	-1	11	3	6.16	6.95	3	13	1	4.98	5.00
-8	10	5	5.66	4.40	1	11	3	2.92	3.95	6	13	1	3.62	3.28
-6	10	5	5.25	4.37	3	11	3	2.63	-1.72	-3	13	3	3.29	-2.78
-3	10	5	4.34	4.49	5	11	3	6.04	-5.65	-6	13	3	4.06	-4.06
-2	10	5	8.57	-6.72	6	11	3	3.23	-3.01	-1	13	3	4.46	-5.43
-1	10	5	4.42	5.50	0	11	4	4.26	5.69	-2	13	4	3.17	-2.46
0	10	5	5.41	-7.41	1	11	4	4.12	4.70	-4	13	4	7.17	6.43
3	10	5	4.22	-4.16	2	11	4	5.17	5.17	3	13	5	4.07	-3.93
5	10	5	7.12	-7.10	4	11	4	3.06	3.03	-2	13	7	2.86	-2.56
5	10	5	4.42	-4.32	-6	11	5	4.46	4.18	0	13	7	3.24	-4.57
-6	10	6	3.75	3.61	-4	11	5	10.45	10.03	5	13	7	4.64	-3.88
-5	10	6	4.71	4.17	-3	11	5	2.24	1.85	-9	13	9	3.30	3.05
-4	10	6	3.45	3.15	-2	11	5	3.51	3.73	-4	13	9	6.94	6.27
-3	10	6	6.16	5.66	-1	11	5	3.56	4.14	-2	13	9	3.02	2.82
-2	10	6	2.35	-2.45	0	11	5	2.37	-1.66	-2	13	9	3.30	2.73
-1	10	6	3.43	3.37	1	11	5	8.91	10.62	-3	13	17	2.40	-2.65
1	10	6	3.52	3.27	2	11	5	3.54	-3.57	1	14	0	2.74	-2.71
2	10	6	2.41	2.19	3	11	5	8.07	8.07	-6	14	1	4.44	-3.78
4	10	6	2.65	2.48	5	11	5	3.83	3.75	-3	14	1	3.63	-2.70
5	10	6	3.35	3.23	6	11	5	2.36	2.18	4	14	1	3.87	-3.17
6	10	6	3.67	3.67	7	11	5	3.56	-2.36	-6	14	1	3.74	-3.74
-11	10	7	3.81	4.19	-4	11	6	3.69	3.45	-8	14	3	3.83	-4.82
-9	10	7	6.51	6.15	-6	11	7	4.02	-3.41	3	14	3	4.75	-4.75
-7	10	7	6.24	3.76	-7	11	7	4.74	4.63	-2	14	5	4.15	-4.40
-6	10	7	5.87	5.82	-6	11	7	3.91	-4.22	-6	14	5	4.15	-4.15
-2	10	7	3.73	3.70	-5	11	7	4.89	4.85	-5	14	13	3.28	-3.87
-1	10	7	4.23	5.23	-4	11	7	3.15	-2.47	-4	15	1	2.66	-2.67
1	10	7	5.13	4.73	0	11	7	3.30	3.66	-2	15	1	2.63	-2.63
3	10	7	5.16	5.33	3	11	7	6.23	6.49	-1	15	1	2.94	-2.94
9	10	7	3.23	-3.03	5	11	7	7.13	6.81	5	15	7	2.95	1.77
8	10	8	4.87	-4.47	-2	11	8	4.33	-4.43	0	15	19	2.62	2.21
-1	10	8	5.48	6.36	-3	11	8	3.33	-3.77	-3	16	1	2.60	2.60
										-1	16	1	3.07	2.41

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
2	J	6	34,75	46,14	-1	1	4	34,18	-37,71	4	3	6	39,27	-27,14
-5	J	4	24,53	-26,23	1	1	4	29,04	-30,10	-5	3	2	30,42	27,74
-3	0	4	40,73	-44,38	2	1	4	28,18	-29,14	5	3	2	26,13	74,75
-2	0	4	27,53	-27,86	0	1	6	27,73	29,52	-3	3	4	25,69	23,15
0	0	4	31,55	-34,54	-3	1	8	32,65	32,62	-1	3	4	42,69	45,17
2	0	4	26,33	-27,63	-1	1	8	34,32	37,15	1	3	4	31,32	33,47
2	0	6	36,71	-39,33	0	2	0	53,17	-53,53	-3	3	8	23,73	-23,15
4	0	6	34,56	-35,44	2	2	0	42,34	-40,12	-1	3	8	38,69	-40,12
-5	0	8	27,87	27,11	-5	2	4	31,21	29,16	0	4	0	33,60	33,17
1	0	8	25,75	-26,46	-3	2	4	32,81	30,51	2	4	0	34,43	32,17
2	1	0	34,83	33,68	-2	2	4	30,75	30,28	-5	4	4	26,23	-23,17
4	1	0	39,03	37,61	0	2	4	29,76	32,73	-2	4	4	25,51	-24,11
-5	1	2	29,14	-27,04	2	2	6	28,04	28,01	0	4	4	26,57	-30,28
3	1	2	25,14	-24,71	4	2	6	30,64	30,31	-5	4	4	26,73	24,74
5	1	2	30,33	-30,43	-5	2	8	32,54	-31,30	0	6	0	38,47	-34,17
-3	1	4	31,29	-30,78	2	3	0	34,35	-31,94					

vor dem letzten least-squares- Zyklus
ausgesonderte Reflexe

9. Zusammenfassung

Um die bei Thiocyanatometallaten besonders interessierenden Probleme der Isomerieerscheinungen des polyvalenten Thiocyanations und der strukturechemischen Verknüpfung von Polymeren einer Lösung näher zu bringen, wurde das System der Alkalithiocyanatometallate der d^{10} -Ionen Cu^+ , Ag^+ , Zn^{2+} , Cd^{2+} und Hg^{2+} präparativ, schwingungsspektroskopisch und röntgenographisch untersucht. Dabei konnten zahlreiche neue Verbindungen isoliert werden, die durch Analysen und IR-Spektren charakterisiert wurden. Weiter wurden Versuche unternommen, für Röntgenuntersuchungen brauchbare Einkristalle mit Hilfe von verschiedenen Züchtungsmethoden zu erhalten. Die aus Einkristallaufnahmen gewonnenen Gitterdaten einiger Thiocyanatometallate sind in der folgenden Tabelle aufgeführt:

Verbindung	Raumgruppe	Gitterkonstanten [in pm und °]	V_{mol} [cm ³]	Z
$\text{K}_2\text{Cu}(\text{SCN})_3$	Pbca - D_{2h}^{15}	a = 718 b = 1841 c = 1500	149.3	8
$\text{NaAg}(\text{SCN})_2$	Cccm - D_{2h}^{20} oder Ccc2 - C_{2v}^{13}	a = 484 b = 2364 c = 692	119.4	4
$\text{K}_2\text{Ag}(\text{SCN})_3$	$P2_1/n - C_{2h}^5$	a = 1065 b = 1997 c = 992 $\beta = 105.9$	152.8	8

Verbindung	Raumgruppe	Gitter- konstanten [in pm und °]	V _{mol} [cm ³]	Z
RbAg(SCN) ₂	Pbca - D _{2h} ¹⁵	a = 1833 b = 1094 c = 686	103.5	8
CsAg(SCN) ₂	P2 ₁ /c - C _{2h} ⁵	a = 1012 b = 1569 c = 1686 β = 90.8	100.7	16
Rb ₂ Zn(NCS) ₄ · 4 H ₂ O	P2 ₁ 2 ₁ 2 - D ₂ ³	a = 1156 b = 1309 c = 540	246.0	2
Cs ₂ Zn(NCS) ₄ · H ₂ O	I43m - T _d ³	a = 970	274.9	2
RbCd(SCN) ₃	P2 ₁ /n - C _{2h} ⁵	a = 571 b = 1319 c = 1268 β = 94.2	143.5	4
CsCd(SCN) ₃	P2 ₁ /n - C _{2h} ⁵	a = 1081 b = 722 c = 1239 β = 90.4	145.7	4
KHg(SCN) ₃	P2 ₁ /m - C _{2h} ²	a = 1128 b = 409 c = 1097 β = 115.4	137.7	2
RbHg(SCN) ₃	P2 ₁ /m - C _{2h} ²	a = 1141 b = 417 c = 1110 β = 115.2	143.8	2
CsHg(SCN) ₃	P2 ₁ /c - C _{2h} ⁵	a = 954 b = 1090 c = 1996 β = 108.4	148.3	8

Verbindung	Raumgruppe	Gitter- konstanten [in pm und °]	V_{mol} [cm ³]	Z
$\text{Rb}_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$	$C2/c - C_{2h}^6$ oder $Cc - C_s^4$	$a = 1072$ $b = 1677$ $c = 771$ $\beta = 107.0$	199.6	4
$\text{Cs}_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$	$C2/c - C_{2h}^6$ oder $Cc - C_s^4$	$a = 1094$ $b = 1719$ $c = 794$ $\beta = 106.6$	215.5	4

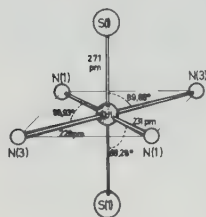
Für vollständige Strukturanalysen wurden die Komplexe $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$, $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$, $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$, $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ und $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ausgewählt.

Die beiden Trithiocyanatocadmiate $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ und $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$, die einen vergleichbaren Aufbau besitzen sollten und tatsächlich auch in der gleichen Raumgruppe kristallisieren, unterscheiden sich jedoch grundlegend in der Verknüpfung ihrer Strukturbausteine. Gemeinsam ist beiden eine oktaedrische Koordination der Cadmiumatome durch sechs SCN-Gruppen, die alle als Brücken zwischen zwei Zentralatomen fungieren.

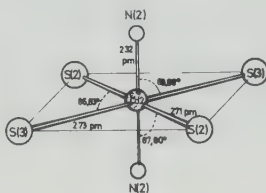
In der Struktur des $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ liegen ${}^1_\infty[\text{CdX}_{4/2}\text{X}_2]$ - Ketten vom NbJ_4 -Typ vor, die über die freien Spitzen zu zweidimensionalen, unendlichen Schichten verknüpft sind. Beim $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ wird dagegen ein perowskitartiges Raumnetz aufgebaut.

Das hat zur Folge, daß im $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$ unterschiedliche $\text{Cd}(\text{SCN})_2(\text{NCS})_4$ - und $\text{Cd}(\text{SCN})_4(\text{NCS})_2$ -Polyeder auftreten, während

beim $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$ ein $\text{Cd}(\text{SCN})_6^-$ und ein $\text{Cd}(\text{NCS})_6^-$ -Oktaeder gefunden werden (Bild 9.1 und 9.2).



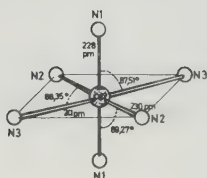
CdN_4S_2



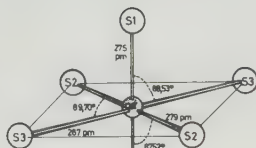
CdN_2S_4

Bild 9.1

Polyeder im $\text{RbCd}(\text{SCN})_3$



CdN_6



CdS_6

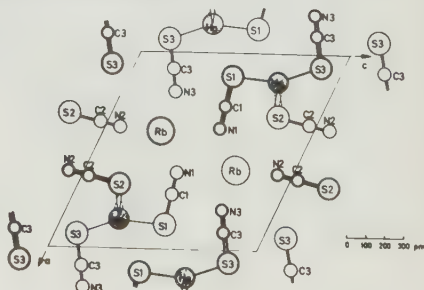
Bild 9.2

Polyeder im $\text{CsCd}(\text{SCN})_3$

Auch die entsprechenden Quecksilberverbindungen $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ und $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ zeigen in ihrem strukturellen Aufbau keine Ähnlichkeiten. Im Kristallverband des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$ sind die isolierten Bausteine Rb^+ , SCN^- und $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ der binären Thiocyanate RbSCN und $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ deutlich zu erkennen (Bild 9.3).

Bild 9.3

Aufbau des $\text{RbHg}(\text{SCN})_3$



Die Struktur des $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$ ist gekennzeichnet durch die dimere $[\text{Hg}(\text{SCN})_3]_2$ -Baueinheit, die sich von zwei kantenverknüpften Tetraedern ableitet und in der jedes Hg trigonalplanar von drei Schwefelatomen koordiniert ist (Bild 9.4).

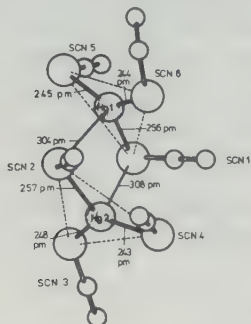


Bild 9.4

Dimere Baugruppe des $\text{CsHg}(\text{SCN})_3$

Eine unerwartet hochsymmetrische, kubische Struktur wurde beim $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{NCS})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ entdeckt. Die tetraedrischen $\text{Zn}(\text{NCS})_4^{2-}$ -Anionen bilden eine innen-zentrierte Anordnung vom SiF_4 -Typ, in deren geräumigen Lücken die Cs^+ und H_2O nur locker eingelagert sind.

Auf der Grundlage der aufgeklärten Strukturen wurden Faktorgruppenanalysen ausgeführt, mit deren Hilfe die IR- und Raman-spektren diskutiert werden. Wegen der Vielzahl der errechneten Linien konnte eine vollständige Zuordnung zu den gemessenen Schwingungsbanden nicht erreicht werden.

10. Literaturverzeichnis

1. G.Gattow,
Z.anorg.allg.Chem. 333, 134 (1964).
2. V.M.Goldschmidt,
Fortschr.Min. 15, 73 (1931).
3. K.Kugimiya u. H.Steinfink,
Inorg.Chem. 7, 1762 (1968).
4. G.S.Zhdanov,
Doklady Akad.Nauk SSSR 31, 352 (1941).
5. E.A.Shugam u. G.S.Zhdanov,
Acta physicoch.URSS 20, 247 (1945).
6. R.G.Dickinson,
J.Amer.chem.Soc. 44, 774 (1922).
7. R.Bauer,
Dissertation Universität Erlangen-Nürnberg 1973.
8. A.Sequeira,
Acta Crystallogr. 18, 291 (1965).
9. D.F.C.Morris,
Acta crystallogr. 14, 547 (1961).
10. W.Beck u. W.P.Fehlhammer,
MTP International Review of Science, Inorganic Chemistry,
Series One, Vol. 2, 253 (1972).
11. G.S.Zhdanov u. Z.V.Zvonkova,
Usp.Chim. 22, 3 (1953).
12. Z.Iqbal,
Structure and Bonding 10, 25 (1971).
13. J.L.Burmeister u. F.Basolo,
Inorg.Chem. 3, 1587 (1964).
14. A.Wojcicki u. M.F.Farona,
147th National Meeting of the American Chemical Society,
Philadelphia,Pa., April 1964.

15. P.R.Brookes u. B.L.Shaw,
J.Chem.Soc.(London) A, 1967, 1079.
16. L.A.Epps u. L.G.Marzilli,
Inorg.Chem. 12, 1514 (1973).
17. A.Tramer in B.Jezowska-Trzebiatowska,
Theory and Structure of Complex Compounds,
Pergamon Press, Warszawa 1964.
18. R.A.Bailey, S.L.Kozak, T.W.Michelsen u. W.N.Mills,
Coord.Chem.Rev. 6, 407 (1971).
19. O.W.Howarth, R.E.Richards u. L.M.Venanzi,
J.Chem.Soc.(London) 1964, 3335.
20. H.Böhland u. E.Mühle,
Z.anorg.allg.Chem. 379, 273 (1970).
21. S.Ahrland, J.Chatt u. N.R.Davis,
Quart.Rev.(chem.Soc.,London) 12, 265 (1958).
22. R.G.Pearson,
J.Amer.chem.Soc. 85, 3533 (1963).
23. A.Tramer,
C.R.hebd.Séances Acad.Sci. 250, 3150 (1960).
24. J.Lewis, R.S.Nyholm u.P.W.Smith,
J.Chem.Soc.(London) 1961, 4590.
25. S.Fronæus u. R.Larson,
Acta chem.scand. 16, 1447 (1962).
26. K.Dehnicke,
Angew.Chem.,int.Edit. 6, 947 (1967).
27. C.Shea u. A.Haim,
J.Amer.chem.Soc. 93, 3055 (1971).
28. A.Mawby u. G.E.Pringle,
Chem.Commun. 1970, 385.
29. A.Haim u. N.Sutin,
J.Amer.chem.Soc. 88, 434 (1966).

30. D.Britton u. J.D.Dunitz,
Acta Crystallogr. 18, 424 (1965).
31. J.M.Homan, J.M.Kawamoto u. G.L.Morgan,
Inorg.Chem. 9, 2533 (1970).
32. D.A.Buckingham, I.I.Creaser u. A.M.Sargeson,
Inorg.Chem. 9, 655 (1970).
33. I.Lindqvist,
Acta Crystallogr. 10, 29 (1957).
34. H.Behrens, R.Schwab u. D.Herrmann,
Z.Naturforsch. 21b, 590 (1966).
35. M.A.Porai-Koshits,
Z.strukturnoj Chim. 4, 584 (1963).
36. A.F.Wells,
Structural Inorganic Chemistry,
3.Edit., Oxford, Clarendon Press 1962.
37. R.W.G.Wyckoff,
Crystal Structures,
2.Edit., Interscience Publishers Ltd., London 1963.
38. G.M.Clark,
The Structures of Non-molekular Solids,
Applied Science Publishers Ltd., London 1972.
39. B.Krebs, S.Pohl u. W.Schiwy,
Angew.Chem. 82, 884 (1970).
40. A.M.Golub u. G.M.Kilimnik,
Z.neorg.Chim. 4, 1352 (1959).
41. G.Thurnauer,
Ber.dtsch.chem.Ges. 23, 769 (1890).
42. H.L.Wells u. R.T.Roberts,
J.Amer.chem.Soc. 28, 245 (1902).
43. A.M.Golub,
Z.neorg.Chim. 1, 2517 (1956).

44. A.Gössmann,
Liebigs Ann.Chem. 100, 76 (1856).
45. K.Hellwig,
Z.anorg.allg.Chem. 25, 157 (1900).
46. H.W.Foote,
J.Amer.chem.Soc. 30, 330 (1903).
47. H.F.Merriam,
J.Amer.chem.Soc. 28, 265 (1902).
48. V.J.Occleshaw,
J.Chem.Soc.(London) 1932, 2404.
49. H.Chateau, A.de Cugnac u. B.Cerisy,
C.R.hebd.Séances Acad.Sci. 255, 1727 (1962).
50. P.T.Cleve,
J.prakt.Chem. 94, 14 (1865).
51. N.Bjerrum u. A.Kirschner,
Danske Vid.Selsk.Skr. 5, 1 (1918).
52. P.Walden,
Z.anorg.allg.Chem. 23, 374 (1900).
53. A.Rosenheim,
Ber.dtsch.chem.Ges. 34, 3913 (1901).
54. A.Rosenheim u. R.Cohn,
Z.anorg.allg.Chem. 27, 280 (1901).
55. H.Grossmann,
Z.anorg.allg.Chem. 37, 411 (1903).
56. Yu.Ya.Kharitonov, G.V.Tsintsadze u. A.Yu.Tsivadze,
Russ.J.Inorg.Chem. 15, 204 (1970).
57. Yu.Ya.Kharitonov, G.V.Tsintsadze u. A.Yu.Tsivadze,
Russ.J.Inorg.Chem. 15, 484 (1970).
58. Yu.Ya.Kharitonov, G.V.Tsintsadze u. A.Yu.Tsivadze,
Russ.J.Inorg.Chem. 15, 776 (1970).
59. Yu.Ya.Kharitonov, G.V.Tsintsadze u. A.Yu.Tsivadze,
Russ.J.Inorg.Chem. 15, 931 (1970).

60. A.Yu.Tsivadze, Yu.Ya.Kharitonov u. G.V.Tsintsadze,
Russ.J.Inorg.Chem. 15, 1094 (1970).
61. A.Yu.Tsivadze, Yu.Ya.Kharitonov u. G.V.Tsintsadze,
Russ.J.Inorg.Chem. 17, 1529 (1972).
62. G.S.Zhdanov u. V.V.Sanadze,
Z.fiz.Chim. 26, 469 (1952).
63. Z.V.Zvonkova,
Z.fiz.Chim. 26, 1798 (1952).
64. I.Lindqvist u. B.Strandberg,
Acta Crystallogr. 10, 173 (1957).
65. G.S.Zhdanov u. Z.V.Zvonkova,
Trudy Inst.Krist.Akad.Nauk SSSR 9, 221 (1954).
66. A.Larbot u. A.L.Beauchamp,
Rev.chim.min. im Druck.
67. C.W.F.T.Pistorius u. J.C.A.Boeyens,
J.chem.Physics 48, 1018 (1968).
68. W.Büssem, P.Günther u. R.Tubin,
Z.physik.Chem. 24B, 1 (1934).
69. K.Glaser,
Zulassungsarbeit Universität Erlangen-Nürnberg 1973.
70. S.Manolatos
nach ASTM-Kartei Nr. 16-457 (1964).
71. G.Darzens u. D.Magnat,
18^o Congr.Chim.ind., Nancy 1938, 1, 418.
72. D.Krüger, W.Büssem u. E.Tschirch,
Ber.dtsch.chem.Ges. 69, 1601 (1936).
73. E.Söderbäck,
Liebigs Ann.Chem. 419, 217 (1919).
74. H.Grossmann,
Ber.dtsch.chem.Ges. 35, 2666 (1902).

75. G.Spacu u. V.Voichescu,
Z.anorg.allg.Chem. 227, 385 (1936).
76. A.Meitzendorf,
Ann.chim.et phys. 56, 74 (1842).
77. A.L.Beauchamp u. D.Goutier,
Canad.J.Chem. 50, 977 (1972).
78. International Tables for X-Ray Crystallography,
Kynoch Press, Birmingham 1962.
79. K.Weber,
Acta Crystallogr. 25B, 1174 (1969).
80. F.H.Moore,
Acta Crystallogr. 16, 1169 (1963).
81. M.A.Porai-Koshits,
Acta Crystallogr.,Suppl., 16, A42 (1963).
82. G.Marongiu, E.C.Lingafelter u. P.Paoletti,
Inorg.Chem. 8, 2763 (1969).
83. H.T.Evans u. M.E.Mrose,
Acta Crystallogr. 11, 56 (1958).
84. J.Selbin, L.H.Holmes u. S.P.McGlynn,
J.inorg.nuclear Chem. 25, 1359 (1963).
85. L.Cavalca, M.Nardelli u. G.Fava,
Acta Crystallogr. 13, 125 (1960).
86. A.Ferrari, A.Braibanti, G.Bigliardi u. A.M.Lanfredi,
Acta Crystallogr. 18, 367 (1965).
87. Z.V.Zvonkova u. G.S.Zhdanov,
Z.fiz.Chim. 26, 586 (1952).
88. A.L.Beauchamp, B.Saperas u. R.Rivest,
Canad.J.Chem. 49, 3579 (1971).
89. K.Brodersen,
Acta Crystallogr. 8, 723 (1955).

90. R.H.Fenn,
Acta Crystallogr. 20, 20 (1966).
91. R.C.Makhija, A.L.Beauchamp u. R.Rivest,
Chem.Comm. 1972, 1043.
92. S.Scavnicar,
Z.Kristallogr. 118, 248 (1963).
93. R.P.J.Cooney u. J.R.Hall,
Austral.J.Chem. 22, 2117 (1969).
94. J.L.Hoard,
J.Amer.chem.Soc. 61, 1252 (1936).
95. A.Tramer,
J.Chim.Phys. 59, 232 (1962).
96. P.O.Kinell u. B.Strandberg,
Acta chem.scand. 13, 1607 (1959).
97. L.H.Jones,
J.chem.Physics 25, 1069 (1956).
98. P.C.H.Mitchell u. R.J.P.Williams,
J.Chem.Soc.(London) 1960, 1912.
99. J.Chatt u. L.A.Duncanson,
Nature (London) 178, 997 (1956).
100. K.A.Taylor, T.V.Long u. R.A.Plane,
J.chem.Physics 47, 138 (1967).
101. A.Turco u. C.Pecile,
Nature (London) 191, 66 (1961).
102. M.M.Chamberlain u. J.C.Bailar,
J.Amer.chem.Soc. 81, 6412 (1959).
103. A.Sabatini u. I.Bertini,
Inorg.Chem. 4, 959 (1965).
104. L.H.Jones,
J.chem.Physics 28, 1234 (1958).
105. Z.Iqbal,
J.Mol.Structure 7, 137 (1971).

106. D.Forster u. D.M.L.Goodgame,
Inorg.Chem. 4, 715 (1965).
107. R.J.H.Clark u. C.S.Williams,
Spectrochim.Acta 22, 1081 (1966).
108. D.M.L.Goodgame u. B.W.Malerbi,
Spectrochim.Acta 24A, 1254 (1968).
109. M.Sakiyama, H.Suga u. S.Seki,
Bull.chem.Soc.Japan 36, 1025 (1963).
110. D.M.Adams u. D.C.Newton,
Tables for Factor Group and Point Group Analysis,
Beckman-RIIC Ltd., Croydon 1970.
111. S.Bhagavantam u. T.Venkatarayudu,
Theory of Groups and its Application to Physical
Problems, Academic Press, New York 1969.
112. M.A.Porai-Koshits u. G.V.Tsintsadze,
Tr.Gruz.Politekh.Inst. 4(102), 61 (1965),
referiert in C.A. 66, 99297z (1967).

L E B E N S L A U F

Dieter Messer,

geboren am 3. Februar 1945 in Nürnberg
als Sohn des Elektrikers Georg Messer
und seiner Ehefrau Elisabeth, geb.Müller.
Seit dem 20. Juli 1973 verheiratet.

Schulbildung und Studium:

1951 - 1955 Volksschule in Nürnberg

1955 - 1964 Realgymnasium in Nürnberg

Reifezeugnis dieser Schule vom 20. Juli 1964

Vom 1. Oktober 1964 bis 30. September 1966 Wehrdienst.

Am 30. September 1966 entlassen als Leutnant d. R..

Seit dem Wintersemester 1966/67 Studium der Chemie an
der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg.

Diplomchemiker-Vorexamen am 20. Februar 1969

Diplomchemiker-Hauptexamen am 31. März 1971

Diplomarbeit vom Dezember 1970 bis März 1971

Thema: "Beiträge zur Struktursystematik der
Thiocyanatomercurate und -cadmate"

Vom 1. Januar 1971 bis 30. April 1972 studentische bzw.
wissenschaftliche Hilfskraft, seit 1. Mai 1972 Verwalter
der Dienstgeschäfte eines wissenschaftlichen Assistenten
am Institut für Anorganische Chemie I der Universität
Erlangen-Nürnberg.

Offsetdruck-Fotodruck

J. Hogl, 8520 Erlangen, Hauptstr. 109 (Nähe Martin-Luther-Platz) Tel. 22990